

*Adriana Simionatto Guinesi*

**Avaliação de solubilidade e desintegração, alteração dimensional e resistência à compressão de cimentos endodônticos**

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

Orientador: Prof. Dr. Idomeo Bonetti Filho

Co-Orientador: Prof. Dr. Luís Geraldo Vaz

Araraquara

2008

Guinesi, Adriana Simionatto.

Avaliação de solubilidade e desintegração, alteração dimensional e resistência à compressão de cimentos endodônticos / Adriana Simionatto Guinesi. – Araraquara: [s.n.], 2008.

92 f. ; 30 cm.

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

Orientador : Prof. Dr. Idomeo Bonetti Filho

Co-orientador: Prof. Dr. Luís Geraldo Vaz

1. Endodontia 2. Cimentos dentários 3. Materiais obturadores do canal radicular. I. Título

**ADRIANA SIMIONATTO GUINESI**  
**AVALIAÇÃO DE SOLUBILIDADE E DESINTEGRAÇÃO, ALTERAÇÃO**  
**DIMENSIONAL E RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO DE CIMENTOS**  
**ENDODÔNTICOS**

COMISSÃO JULGADORA

DISSERTAÇÃO PARA OBTENÇÃO DO GRAU DE MESTRE

Presidente e Orientador

Prof. Dr. Idomeo Bonetti Filho

2º Examinador

Profª Drª Yara Teresinha Corrêa Silva Souza

3º Examinador

Prof. Dr. Roberto Miranda Esberard

Araraquara, 26 de março de 2008.

## *Adriana Simionatto Guinesi*

16 de Setembro de 1976	Nascimento em Espírito Santo do Pinhal, SP, Brasil.
Filiação	Nywton Guinesi Noemi Simionatto Guinesi
2000 – 2003	Curso de Graduação em Odontologia na Faculdade de Odontologia de Araraquara da Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”
2005 – 2007	Curso de Pós-Graduação em nível de Especialização em Odontologia, Área de concentração em Endodontia, na Faculdade de Odontologia de Araraquara da Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”
2006 – 2008	Curso de Pós-Graduação em nível de Mestrado em Odontologia, Área de concentração em Endodontia, na Faculdade de Odontologia de Araraquara da Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”
Associações	APCD – Associação Paulista de Cirurgiões Dentistas SBPqO – Sociedade Brasileira de Pesquisa Odontológica

# *Dedicatória*

*A minha mãe, Noemi*

*Pelos ensinamentos e orientações.*

*Pelo exemplo de vida, caráter, coragem, dignidade e honestidade.*

*Pelo apoio e incentivo constantes, possibilitando a conquista dos meus objetivos.*

*Pelo amor, amizade e confiança depositada em mim.*

*Palavras não são suficientes para agradecer!*

*Eu te amo!!*

*Ao meu noivo, Tiago*

*Pelo apoio e incentivo nessa caminhada.*

*Pelo amor e carinho em todos os momentos.*

*Pela paciência nas horas mais difíceis.*

*Você é meu exemplo de luta, perseverança e conquista!*

*Eu te amo!!*

# *Agradecimento especial*

*Ao meu orientador*

***Prof. Dr. Idomeo Bonetti Filho***

*Pela preciosa orientação, pelos ensinamentos, pela confiança e paciência. Pela amizade e dedicação, possibilitando a realização dessa conquista! Meus sinceros agradecimentos!*

*Ao meu co-orientador*

***Prof. Dr. Luis Geraldo Vaz***

*Pelas sugestões valiosas, que muito contribuíram para a realização deste trabalho. Pelos ensinamentos e pela amizade, que foram muito importantes para meu crescimento profissional e pessoal.*

*A minha querida amiga*

***Cláudia Ramos Pinheiro (Pe)***

*Pela deliciosa convivência durante esta jornada! Pela dedicada e sincera amizade. Pelo apoio nos momentos mais difíceis, tornando os obstáculos mais fáceis de serem superados. Pelo exemplo de garra e honestidade! Muito obrigada!!*

*Às minhas queridas irmãs*

***Luciana e Eliana***

*Pelo amor e amizade. Pela confiança em mim depositada! Pela alegria todas as vezes que eu voltava pra casa!*

# *Agradecimentos*

*A Faculdade de Odontologia de Araraquara da Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”, através de sua atual diretora Profa. Dra. Rosemary Adriana Chiérici Marcantonio, e à comissão de Pós-Graduação em Endodontia, na pessoa de seu atual presidente, Prof. Dr. Mário Tanomaru Filho, pelo apoio à pesquisa.*

*Aos professores da disciplina de Endodontia da FOAR-UNESP, Roberto Miranda Esberard, Mário Tanomaru Filho, Juliane Guerreiro Tanomaru, Renato de Toledo Leonardo e Fábio Luiz Camargo Vilella Berbert, pelos ensinamentos e amizade.*

*Aos colegas de mestrado do Curso de Pós-Graduação em Endodontia da Faculdade de Odontologia de Araraquara-UNESP: Cláudia, Paula, Érica, Norberto, Guilherme, Hugo, Fred, Fernando e Santiago, pelo convívio, amizade e aprendizado.*

*Aos demais colegas do Curso de Pós-Graduação em Endodontia da Faculdade de Odontologia de Araraquara-UNESP: Anderson, Alexandre, Bier, Cristiane, Denise, Erick, Fernanda, Fernando, Gustavo, Jose Carlos Rivas, Marco Aurélio, Maurício, Renatinho, Renata, Ronaldo, pelo prazeroso convívio. Agradecimento especial ao aluno Henrique (in memoriam) pelo ensinamento de que devemos lutar até o fim!*

*Aos funcionários de Departamento de Odontologia Restauradora da FOAR-UNESP, em especial Marinho, Adriana, Creusa, Célia, Cida e Pedro, pela amizade e auxílio.*

*Ao Prof. Dr. Romeu Magnani, pela atenta e criteriosa elaboração da estatística.*

*A minha segunda família, Daisy, Priscila, Bia, Douglas e Geison, pelo amor e carinho, pelos momentos deliciosos que passamos juntos!*

*Ao meu querido amigo, Marcelo, pela amizade, pelos ensinamentos, pela paciência e por estar sempre pronto a me ouvir!*

*As minhas amigas da “Rede Kit”, Jéssica, Nathália, Mariana e Eliana, pela amizade sincera, pelos momentos alegres e inesquecíveis do “clube da Luluzinha”!*

*A CNPQ, pelo suporte financeiro.*

*E a todos aqueles que, de alguma forma, colaboraram para a minha formação e para a realização deste trabalho.*

***Muito obrigada!***



## SUMÁRIO

<b>Resumo</b> .....	9
<b>Abstract</b> .....	11
<b>1 Introdução</b> .....	13
<b>2 Revisão da literatura</b> .....	18
<b>3 Proposição</b> .....	36
<b>4 Material e método</b> .....	37
4.1 Material.....	37
4.2 Método.....	38
4.2.1 Solubilidade e desintegração.....	39
4.2.2 Alteração dimensional.....	42
4.2.3 Resistência à compressão.....	44
4.2.4 Forma de análise dos resultados.....	46
4.2.5 Equipamentos disponíveis.....	46
<b>5 Resultado</b> .....	47
5.1 Solubilidade e desintegração.....	47
5.2 Alteração dimensional.....	51
5.3 Resistência à compressão.....	54
<b>6 Discussão</b> .....	57
6.1 Da metodologia.....	57
6.1.1 Solubilidade e desintegração.....	59
6.1.2 Alteração dimensional.....	62
6.1.3 Resistência à compressão.....	64
6.2 Dos resultados.....	67
6.2.1 Solubilidade e desintegração.....	67
6.2.2 Alteração dimensional.....	71
6.2.3 Resistência à compressão.....	76

<b>7</b>	<b>Conclusão.....</b>	<b>80</b>
<b>8</b>	<b>Referências.....</b>	<b>81</b>
	<b>Anexos.....</b>	<b>89</b>

Guinesi AS. Avaliação de solubilidade e desintegração, alteração dimensional e resistência à compressão de cimentos endodônticos [Dissertação de Mestrado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2008.

## **RESUMO**

O propósito do presente estudo foi avaliar os cimentos endodônticos Acroseal, AH Plus, Epiphany e Polifil (cimento endodôntico experimental), no que se refere às propriedades de solubilidade e desintegração, alteração dimensional e resistência à compressão. Os testes seguiram a Norma ISO 6876-2, de 2001 e ISO 9917-1, de 2003. Nos testes de solubilidade e desintegração foram utilizados moldes de teflon (4mm de espessura, 12mm de diâmetro interno e 2mm de parede) preenchidos com cimentos endodônticos e contendo perfuração com fio de nylon para suspensão das amostras. Os espécimes foram levados à estufa até a presa dos materiais. Em seguida, as amostras hidratadas e desidratadas tiveram sua massa mensurada imediatamente após sua retirada da estufa, e após períodos de 24h, 48h, 72h, 7, 14, 30, 60 e 90 dias. A solubilidade dos cimentos endodônticos foi identificada pela alteração da massa de cada amostra, expressa como o percentual de massa perdida em comparação à massa inicial. A desintegração foi identificada visualmente, pela observação de resíduos nos recipientes e pela turbidez da água destilada. Nos testes de alteração dimensional e resistência à compressão foram utilizados moldes de teflon (12mm de espessura e 6mm de diâmetro). Os moldes foram preenchidos com cimentos endodônticos e levados à estufa até a tomada de presa, então foram removidos dos moldes e, para os testes de alteração dimensional, suas dimensões foram medidas, no sentido longitudinal, com paquímetro digital, imediatamente após sua retirada da estufa e após períodos de 24, 48 e 72 horas, 7, 14, 30, 60 e 90 dias de armazenamento. A alteração dimensional foi identificada como a percentagem de alteração volumétrica no final de cada período, em comparação ao período inicial. Para os testes de

resistência à compressão, os espécimes foram levados à máquina de ensaios mecânicos, onde tiveram os valores de resistência à compressão determinados. Esse mesmo procedimento foi realizado imediatamente após a retirada das amostras da estufa e após períodos de 7, 14, 30, 60 e 90 dias de armazenamento. Os resultados - submetidos à avaliação estatística, teste de Tukey (solubilidade, alteração dimensional) e teste de Tamhane (resistência á compressão) - mostraram que Acroseal, AH Plus e Polifil ganharam massa ao longo do tempo. Epiphany foi o material que mais ganhou massa, mas sofreu desintegração. Com exceção do Epiphany, todos os materiais estão dentro da norma ISO com relação à solubilidade e desintegração. Todos os materiais mostraram expansão em relação ao período inicial. Essa expansão foi maior no Epiphany, seguido de Acroseal, Polifil e AH Plus. Nenhum dos materiais estão dentro das exigências da ISO. A maior resistência à compressão foi mostrada pelo AH Plus, seguido de Epiphany, Acroseal e Polifil.

Palavras-chave: Endodontia; cimentos dentários; materiais obturadores do canal radicular.

Guinesi AS. Evaluation of solubility and disintegration, dimensional changes and compressive strength of endodontic sealers [Dissertação de Mestrado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2008.

## **ABSTRACT**

Considering all the steps of the endodontic therapy, their success depend on the root canals sealing when the professional uses an endodontic sealer that gathers physical, chemical and biological properties. The aim of this study was to evaluate the endodontic sealers: Acroseal, AH Plus, Epiphany and a castor-oil based experimental sealer (Polifil) concerning the properties of solubility and disintegration, dimensional change and compressive strength. All of these tests were supposed to follow the ISO Specification 6876-2, 2001 and ISO Specification 9917-1, 2003. To perform the solubility and disintegration tests teflon rings (4 mm thickness, 12 mm of internal diameter, and 2 mm height) filled with the endodontic sealers were used, containing perforations that allow a nylon wire passing through it, in order to get the specimens raised up. They were stored in the oven under 37° C up to the setting time. The specimens were hydrated and dehydrated to be weighted for 24h, 48h, 72h, 7, 14, 30, 60 and 90 days. The solubility of the endodontic sealers was identified as a percentage obtained through the difference between the last measure of weight and the initial one. The disintegration were visually identified by observing the residues and the water's whirlwind. Teflon moulds (12 mm thickness and 6mm diameter) were used in dimensional change and compressive strength tests. They were filled with the endodontic sealers and stored in the oven under 37° C up to the setting time. Afterwards, the moulds were removed and then, for the dimensional change test, they were measured under the longitudinal position with digital pachymeter for 24h, 48h, 72h, 7, 14, 30, 60 and 90 days. The dimensional change was identified as a percentage of the volumetrical change gotten in each time, compared with the

first specimen. For the compressive strength test, the specimens were positioned on the Universal Testing Machine, where their compressive resistance was measured for 7, 14, 30, 60 and 90 days. The results were submitted to the statistical analysis (Tukey's test for solubility and dimensional change) and (Tamhane's test for compressive strength) showing that Acroseal, AH Plus and Polifil gained mass as time passed by. Epiphany was the material that gained much mass, but suffered the most disintegration process. All the substances were according to ISO rules concerning to the properties of solubility and disintegration but Epiphany sealer. All the sealers showed expansion on the initial period. This expansion was bigger for Epiphany followed by Acroseal, Polifil and AH Plus. None of the materials were according to ISO rules. The biggest compressive strength happened to AH Plus followed by Epiphany, Acroseal and Polifil.

Keywords: Endodontics; dental cements; root canal filling materials.

## 1 INTRODUÇÃO

O sucesso da terapia endodôntica depende, entre muitos fatores, da obturação dos canais radiculares utilizando um cimento endodôntico que satisfaça as necessidades físicas, químicas e biológicas exigidas para o êxito do tratamento. Essas necessidades constituem, dentre tantas, em biocompatibilidade, selamento apical<sup>19,24,67</sup>, boa resistência à compressão<sup>38,56</sup>, facilidade de manipulação<sup>24</sup>, bom tempo de trabalho<sup>5</sup>, escoamento e dureza satisfatórios<sup>32</sup>, pouca solubilidade<sup>17</sup>, estabilidade dimensional<sup>58</sup> e radiopacidade<sup>24, 38,68</sup>.

A estabilidade dimensional ao longo do tempo é um fator imprescindível para a manutenção do hermetismo da obturação<sup>27,68</sup>, fator que está relacionado à inalteração do material e à não-solubilidade e desintegração diante de fluidos teciduais periapicais<sup>68</sup>. Segundo Wilson, Paddon<sup>82</sup> (1993), a alteração dimensional dos cimentos não é apenas resultado da contração de presa desses materiais, mas também da alteração dimensional higroscópica, que deve ser considerada devido ao balanço de água. A umidade e a temperatura são fatores que influenciam na estabilidade dimensional. Estudos mostraram várias magnitudes de alteração dimensional dos cimentos endodônticos, quando submetidos a diferentes temperaturas e umidades relativas, ocorrendo perda de água em ambiente seco e durante a reação de polimerização, mas absorção de água em ambiente úmido<sup>35,42,80</sup>.

A maioria dos cimentos endodônticos possui contração por longo tempo depois de o cimento ter endurecido. Estudos da análise da alteração volumétrica de cimentos endodônticos ao longo do tempo mostraram que ocorre perda de volume ou contração, e que cimentos com presa mais rápida exibem sinais prematuros de contração, ao contrário daqueles que necessitam de mais tempo para a reação de presa<sup>35,36,44,58,80</sup>. Apesar de a contração ocorrer na maioria dos cimentos endodônticos, eles também podem sofrer expansão, aumentando o contato com as paredes do canal radicular e possibilitando uma obturação mais hermética<sup>58</sup>.

Entretanto, uma expansão excessiva poderia ocasionar fratura da raiz e conseqüente perda do elemento dental<sup>58,69</sup>.

Uma fina película de cimento pode ser benéfica quando utilizada com material obturador sólido, como a gutta-percha<sup>10,14</sup>. Esse fator pode maximizar o volume da obturação, além de a presença da gutta-percha ajudar a compensar a extensa infiltração ocasionada pela dissolução dos cimentos<sup>83</sup>.

Apesar de não ser sempre considerada uma característica importante para os materiais, uma adequada resistência à compressão dos cimentos endodônticos pode ser vantajosa.

De uma maneira geral, os ensaios de compressão são utilizados para determinar as propriedades mecânicas dos materiais. Tais ensaios são considerados padrão, pois a maior parte deles é uma variação do de compressão, ou com ele se relaciona de alguma forma.

Um material presente dentro de um canal radicular obturado deve ser maleável, ou seja, deve possuir a capacidade de se deformar sem fratura, quando submetido a esforços de compressão, como por exemplo, durante os esforços mastigatórios. Caso contrário, uma fratura do cimento endodôntico pode comprometer o hermetismo da obturação. Além disso, uma adequada resistência à compressão pode fazer com que o cimento endodôntico resista com mais eficiência a procedimentos de colocação de reforços intra-canal<sup>57, 77</sup>.

A solubilidade e desintegração dos cimentos obturadores de canal radicular são um problema clínico de altíssima relevância. Pouca solubilidade, característica importante, retarda a dissolução dos cimentos endodônticos, minimizando a penetração de fluidos<sup>17</sup>; o contrário pode romper a integridade do cimento e resultar em queda da resistência mecânica e da capacidade seladora<sup>10,38</sup>.

A dissolução dos cimentos endodônticos ocorre ao longo do tempo<sup>57</sup>, resultando em lacunas na interface dentina/cimento, podendo proporcionar passagem para microorganismos e seus produtos nos tecidos periapicais. Esse fator foi observado por Kazemi et al.<sup>44</sup> (1993), em



estudo em que foi avaliada a absorção de água e a desintegração dos cimentos ao longo do tempo; também foi observado por Fidel et al.<sup>27</sup> (1995) com cimentos à base de hidróxido de cálcio; e por Sousa-Neto et al.<sup>70</sup> (1999), utilizando cimentos do tipo Grossman.

Apesar do extenso número de cimentos endodônticos disponíveis comercialmente, os estudos relacionados às propriedades físicas descritas acima apresentam controvérsias na extensa literatura para esse tipo de material. A literatura dos cimentos endodônticos é conflitante no que se refere principalmente às propriedades químicas e físicas<sup>78</sup>, uma vez que há carência de informação devido ao extenso número de cimentos endodônticos comercialmente colocados no meio odontológico, com as mais variadas composições. Cimentos à base de hidróxido de cálcio são conhecidos pelo favorecimento de selamento apical biológico<sup>27,78</sup>, desde que não haja desintegração considerável. Cimentos à base de óxido de zinco e eugenol possuem potencial antibacteriano, mas também é preocupante seu grau de solubilidade e desintegração. Cimentos à base de ionômero de vidro têm mostrado aderência à dentina, mas são conhecidos pela susceptibilidade à dissolução, se expostos à solução antes da completa maturação<sup>52</sup>. Pouca solubilidade tem sido notada em cimentos à base de resina epóxica<sup>66</sup>.

Na década de 70 foram reconhecidas as excelentes propriedades físico-químicas de cimentos à base de resina epóxica para o selamento do sistema de canais radiculares<sup>36</sup>, entretanto, mais tarde, a confirmação da liberação de formaldeído foi considerada desfavorável para os tecidos (Limkangwalmongkol et al.<sup>50</sup>, 1991). No final dos anos 90, a Dentsply (De Trey, Konstanz, Alemanha) introduziu no mercado um cimento à base de resina epóxica, o AH Plus, uma versão modificada do AH-26 (Dentsply, Maillefer), com excelentes propriedades e melhor comportamento biológico em relação à composição original<sup>49</sup>. Mais recentemente a Septodont (França) lançou o cimento endodôntico resinoso Acroseal, com substâncias antiinflamatória e antisséptica em sua composição, na tentativa de obter uma material com

comportamento biológico ainda melhor. Já em 2003, a Pentron Clinical Technologies, introduziu no mercado odontológico o sistema Epiphany. Constitue-se de um self-etching primer, um cimento resinoso dual e cones de polímero de poliéster (Resilon). De acordo com os fabricantes, permite uma interação química e mecânica com o substrato dentinário radicular formando um monobloco de resina, por meio da hibridização da interface dentina/cimento, o que resulta em um selamento eficaz.

Além dos cimentos endodônticos lançados no mercado, muitos encontram-se em fase experimental, como o Polifil, cimento endodôntico que contém óxido de zinco, carbonato de cálcio e polímero extraído da mamona (*Ricinus communis* L.). Essa poliuretana vem sendo estudada nos campos da medicina e odontologia, e vem sendo verificado seu potencial para neoformação óssea e biocompatibilidade<sup>61</sup>. O Polifil tem sido amplamente avaliado com relação às suas propriedades física, química e biológica, no intuito de ser lançado ao mercado como um material promissor na Endodontia.

Diante da importância do selamento hermético na obturação, fazem-se necessários incessantes estudos a respeito das propriedades dos cimentos endodônticos. Isso porque a grande maioria desses materiais, senão todos, são deficientes em uma ou mais propriedades<sup>41</sup>. Há a necessidade de se investigar a alteração dimensional, a solubilidade e desintegração dos cimentos endodônticos por longos períodos após a reação de presa<sup>83</sup>, bem como a resistência à compressão desses materiais.

Acredita-se que, apenas por meio de séria e descompromissada avaliação científica, as falhas dos cimentos endodônticos serão detectadas e corrigidas, até que a obtenção de um produto final - realmente capaz de promover a absoluta impermeabilização do sistema de canais radiculares - seja obtido, tornando realidade o grande sonho do endodontista.

## **2 Revisão da literatura**

A literatura é vasta no que diz respeito ao estudo das propriedades físicas e químicas dos cimentos endodônticos. Entretanto, há uma discrepância nas técnicas utilizadas nesses estudos, bem como nos resultados encontrados a respeito das propriedades de uma grande variedade desses materiais.

Este capítulo revisa os principais trabalhos sobre as propriedades físico-químicas dos cimentos endodônticos e apresenta informações sobre solubilidade e desintegração, alteração dimensional e resistência à compressão.

Os primeiros estudos acessíveis das propriedades dos cimentos endodônticos datam da década de 50. Apesar de antigos, é importante uma revisão de alguns desses trabalhos, a fim de se observar a evolução das propriedades dos materiais, bem como da metodologia empregada.

Alguns estudos foram realizados sem uma metodologia especificada por alguma norma. Outros, porém, eram realizados seguindo uma norma nem sempre específica para materiais obturadores de canal radicular. Essa variação indiscriminada nas metodologias dificultava confiabilidade e a comparação entre os resultados.

Wiener, Schilder<sup>80</sup> (1971) analisaram a alteração volumétrica de nove cimentos endodônticos (Kerr antiseptic pulp canal sealer, Kerr Tubliseal, Procosol nonstaining root canal cement, Procosol radiopaque silver root canal cement, Roth n°501, Roth n°511, Roth n°601, Roth n°801 e AH-26), variando as condições de temperatura e umidade relativa. Em uma análise qualitativa, por meio da observação da contração dos materiais no interior de pipetas; e quantitativa, por meio da medição da alteração volumétrica desses materiais em pipetas graduadas, realizada em três períodos (7, 30 e 90 dias), observaram que a alteração

volumétrica foi de contração ou perda de volume, e que cimentos com presa mais rápida exibiram sinais prematuros de contração, em detrimento daqueles que requerem mais tempo de reação de presa. As alterações de temperatura e umidade modificaram o tempo de presa e a alteração dimensional dos cimentos.

Grossman<sup>36</sup> (1976) avaliou as propriedades físicas de tempo de presa, alteração dimensional e escoamento de doze cimentos endodônticos (AH 26, Mynol, Roth 801, Roth 811, Kerr, Procosol, Tubliseal, Diaket, N2, N2 no-lead, RC2B e cimento à base de óxido de zinco e eugenol). Para a avaliação do tempo de presa, foram utilizados cimentos endodônticos manipulados em 3 diferentes períodos de tempo, e foram realizadas indentações nos materiais até que não fosse mais possível visualizá-las. A avaliação do escoamento foi realizada pela introdução dos materiais em tubos de vidro posicionados verticalmente, seguida pela medida do escoamento, em cm, após 24 horas. Com relação à alteração dimensional, tubos de vidro com capacidade de 20µl foram preenchidos com os materiais, até altura de 8mm, armazenados à temperatura ambiente por cinco à sete dias para tomar presa, colocados em meio aquoso com corante por 24 horas, secos e examinados para a verificação da infiltração do corante na interface entre cimento endodôntico e tubo de vidro. O autor pôde observar, após esse período, que todos os materiais mostraram grau de contração ao longo do tempo; e que essa contração ocorreu ora linearmente, ora de maneira irregular, dificultando sua mensuração.

As propriedades de resistência à compressão e solubilidade foram avaliadas por McComb, Smith<sup>51</sup> (1976). Os autores basearam-se nas normas da Especificação ADA nº8 para realização do estudo dos cimentos endodônticos Kerr antiseptic pulp canal sealer, Kerr Tubliseal, Procosol nonstaining root canal cement, Procosol silver cement, PCA root canal

sealer, Roth n° 801, Roth n° 511, Diaket e AH-26. Os testes de resistência à compressão foram realizados em máquina de ensaios mecânicos, após sete dias de armazenamento em água destilada. Já para os testes de solubilidade, os autores mediram a massa dos espécimes logo após sua confecção e após sete dias de armazenamento em água destilada, calculando-se a porcentagem da perda de massa nesse período. Após a realização dos testes, os autores observaram que o cimento endodôntico de maior resistência à compressão foi Procosol, e o de menor foi Tubliseal. A menor solubilidade foi verificada no Procosol e a maior foi verificada no Kerr antiseptic pulp canal sealer.

Em 1978, Benatti et al.<sup>5</sup> estudaram a alteração dimensional de cinco cimentos utilizados para obturação de canais radiculares (Fillcanal, Endomethazone, Trin canal, Alpha Canal e óxido de zinco e eugenol). A alteração dimensional foi observada após a colocação dos materiais em moldes cilíndricos e armazenamento por quinze dias em água destilada, com auxílio de microscópio e medida através de uma coluna de mercúrio. Os autores puderam concluir que a alteração dimensional não foi considerada significativa, quando utilizada uma consistência dos cimentos endodônticos ideal.

Os cimentos endodônticos Procosol, Tubliseal e Diaket, associados ao Nogenol foram avaliados por von Fraunhofer, Branstetter<sup>77</sup> (1982), para obtenção de valores das propriedades de resistência à compressão, solubilidade e alteração dimensional. Os testes de resistência à compressão foram realizados em máquina de ensaios mecânicos, após a confecção de espécimes cilíndricos e armazenamento em água destilada por sete dias. A solubilidade foi calculada como a porcentagem de perda da massa dos espécimes cilíndricos confeccionados, pesados logo após sua confecção e após doze semanas de armazenamento em água destilada. Já os valores de alteração dimensional foram obtidos pela porcentagem de

cimento extravasado nos cilindros de vidro onde foram colocados e armazenados por noventa dias em água destilada. Após avaliação, os autores puderam concluir que a resistência à compressão foi satisfatória e que o Nogenol interferiu nos materiais de modo benéfico, no que diz respeito à alteração dimensional, possibilitando selamento mais efetivo por parte desses materiais. Já a perda de massa foi bem pronunciada, apesar da absorção de água ocorrida.

Também, em 1982, von Fraunhofer, Branstetter<sup>78</sup>, em uma revisão de literatura, observaram que diferenças significativas nas propriedades dos cimentos endodônticos têm sido relatadas e que algumas dessas diferenças são dadas pela variação na fabricação dos materiais e pela utilização de diferentes métodos de avaliação. Observaram também que, nos estudos, não há a devida importância dada à propriedade de resistência à compressão.

Em 1983, Ørstavik<sup>57</sup> analisou a resistência à compressão de vinte e três cimentos obturadores, confeccionados a partir de moldes cilíndricos de metal, em períodos de 1, 4, 18, 24, 48 e 144 horas de armazenamento em água destilada. Por meio da realização dos testes em máquina de ensaios mecânicos, o autor avaliou os resultados e concluiu que o limite máximo de compressão deu-se após um período de sete dias, e que, além disso, a compressão na presa pôde ser baseada no método standardizado, que conduz a informações verdadeiras e significativas na comparação dos materiais. O autor analisou também o escoamento desses materiais. Após adicionar os cimentos endodônticos em placas de vidros paralelas, sob força constante por 10 minutos, pôde observar que a propriedade de escoamento varia entre os cimentos, desde um escoamento rápido até pouco ou nenhum escoamento, e que essa propriedade está intimamente relacionada à proporção pó-líquido.

Caicedo, Fraunhofer<sup>14</sup> (1988), avaliaram algumas propriedades físicas dos cimentos CRCS e Sealapex, ambos à base de hidróxido de cálcio, comparando-os ao cimento Procosol. Dentre as propriedades analisadas, a resistência à compressão foi avaliada por meio de máquina de ensaios mecânicos, após 21 dias de imersão em água. Procosol e CRCS mostraram um decréscimo da resistência. Na análise sobre expansão, realizada com auxílio de paquímetro digital, o autor notou que o Sealapex mostrou expansão significativa após 21 dias de armazenamento, porém, esse mesmo cimento, na análise de absorção de água, mostrou após 21 dias, ganho de massa, denotando absorção de água e comportamento atípico.

A avaliação da alteração dimensional durante a presa dos cimentos à base de ionômero de vidro, Ketac-Fil e Ketac-Silver, foi avaliada por Grajowe, Guelmann<sup>35</sup> (1989). De posse de espécimes cilíndricos, realizou a avaliação com auxílio de transdutor de deslocamento, nos períodos de oito minutos e oito horas, em três grupos diferentes: material seco, material armazenado em água e material armazenado a 100% de umidade relativa. Após realizados os testes, os autores puderam observar que a expansão foi maior em meio aquoso e que a maior contração ocorreu em meio seco.

Kazemi et al.<sup>44</sup> (1993), em estudo sobre alteração dimensional dos cimentos AH26, Endofill, Endomethasone e óxido de zinco e eugenol, utilizando pipetas contendo cimentos endodônticos, armazenadas em água destilada e deionizada, mediram, durante 180 dias, a altura dos meniscos. Observaram que ZOE e Endomethasone mostraram perda de volume durante o experimento, e que Endofill e AH26 tiveram uma expansão inicial, seguida de contração após 180 dias. Na análise de absorção de água através da pesagem das amostras, os autores observaram que somente o Endofill absorveu água até completar o tempo de presa, e que após os 180 dias todos os cimentos mostraram alteração dimensional similares, bem

como absorção de água e desintegração. Os autores também realizaram análise a respeito do tempo de presa desses materiais e observaram que o cimento Endofill teve sua presa completada após 2,5 horas; ZOE, Endomethasone e AH26 tiveram sua presa completada após 4 horas, 9 horas e 12 horas, respectivamente.

A partir de um determinado momento, os pesquisadores realizaram estudos das propriedades físico-químicas dos cimentos endodônticos, procurando seguir as normas específicas já existentes para esses materiais. Assim, passou-se a ter uma maior padronização nesses estudos, aumentando a possibilidade de comparação entre eles e também o grau de confiabilidade.

Em 1994, Silva et al.<sup>68</sup> realizaram um estudo a respeito de estabilidade dimensional, solubilidade e desintegração de alguns cimentos obturadores dos canais radiculares do tipo Grossman. Seguindo a especificação nº 57 da American Dental Association<sup>2</sup>, observaram que, no tocante a alteração dimensional, após 30 dias de armazenamento dos materiais em água destilada, todos os cimentos enquadraram-se na especificação seguida; porém, com relação a solubilidade e desintegração, após 28 dias de armazenamento dos cimentos endodônticos em água destilada, nenhum dos cimentos testados preencheram a referida exigência.

Torabinejad et al.<sup>74</sup> (1995) realizaram um estudo a respeito de tempo de presa, resistência à compressão e solubilidade dos materiais MTA, Super-EBA, Amálgama e IRM. Para a confecção dos espécimes e a realização dos testes, os autores seguiram as normas ISO 6876<sup>39</sup>. Após análise dos resultados, puderam concluir que, com relação ao tempo de presa, 4 minutos foram necessários para a presa total do Amálgama, 9 minutos para o Super-EBA, 6 minutos para o IRM e 2 horas e 45 minutos para o MTA. No teste de resistência à



compressão, os autores puderam observar que essa propriedade foi aumentada ao longo das três semanas de testes e que a ordem decrescente de resistência à compressão foi Amálgama, Super-EBA, IRM e MTA. Já com relação ao teste de solubilidade, os autores observaram que esses materiais mostraram perda de peso estatisticamente não significativa ao longo dos 21 dias de teste.

Em 1995, Fidel et al.<sup>27</sup> estudaram *in vitro* a estabilidade dimensional de cimentos endodônticos contendo hidróxido de cálcio. Seguindo as normas da ADA<sup>2</sup> n° 57, os materiais Sealer 26, CRCS, PR-Sealer, Apexit e Sealapex foram colocados em moldes cilíndricos de teflon e armazenados em água destilada a 37° por 30 dias, tendo-se, então, dados de medidas no início e após este período. Com esta avaliação, os autores puderam concluir que o cimento Sealapex se desintegrou, impedindo a avaliação no final do período, e que os outros materiais estão dentro das normas da American Dental Association<sup>2</sup>, tendo o PR-Sealer a maior alteração dimensional e Sealer 26 a menor.

A influência da umidade na estabilidade dimensional de um cimento com íon-lixiviante foi estudada por Kanchanasita et al.<sup>42</sup> (1995). Os materiais foram testados sob 4 condições ambientais: 25° e umidade relativa do laboratório, 25° e 100% de umidade relativa, 37° e umidade relativa do laboratório, e 37° e 100% de umidade relativa, além dos materiais com reação ácido-base terem sido protegidos com verniz. Depois de anotados os dados de alteração dimensional com transdutor de deslocamento, após um período de 2 horas, os autores observaram várias magnitudes de alteração dimensional, atribuídos à perda de água em ambiente seco, à perda de água durante a reação de polimerização e à absorção de água em ambiente úmido.

Em uma avaliação da solubilidade de cimentos endodônticos em água destilada, Kaplan et al.<sup>43</sup> (1997), prepararam espécimes dos cimentos Tubli Seal, AH26 e Ketac-Endo, e armazenaram por 45 dias. Uma análise quantitativa foi realizada por meio do cálculo da diferença de perda de massa inicial e final das amostras; e uma análise qualitativa também foi realizada por meio da visualização de resíduos de material na água e fotografia da superfície dos espécimes, demonstrando desintegração do cimento. Com isso, os autores puderam observar que os materiais analisados perderam massa ao longo do tempo; o cimento Ketac-Endo foi o material que mais sofreu desintegração; e que não houve necessariamente uma correlação entre análise qualitativa e quantitativa.

Ono, Matsumoto<sup>56</sup> (1998) estudaram a solubilidade, escoamento e radiopacidade do cimento CH61, comparando-o com Sealapex e AH26. O escoamento do material sobre placa de vidro verticalmente posicionada foi calculado e os autores puderam observar que todos os materiais estavam dentro das exigências da norma ISO<sup>39</sup>. O teste de radiopacidade contou com aparelho de raio X e densitômetro, mostrando que a radiopacidade dos cimentos estudados, em ordem decrescente foi: AH26, CH61 e Sealapex. Por fim, a análise da solubilidade desses materiais, após 24 horas de imersão em água destilada a 37°, mostrou aos autores que CH61 sofreu pouca solubilidade, seguido de AH26 e Sealapex.

Em 1999, Sousa-Neto et al.<sup>70</sup> investigaram o efeito de diferentes graus de resinas-breu e resinas hidrogenadas, adicionadas ao cimento de Grossman, na solubilidade e desintegração, estabilidade dimensional, e condutividade. Seguindo a especificação nº 57 da ADA<sup>2</sup> para a realização do estudo, avaliaram a alteração dimensional após um período de 30 dias e a solubilidade e desintegração após 7 dias de armazenamento em água. Puderam observar que a resina usada no cimento de Grossman é a responsável pela expansão, mas que

os cimentos que continham resina hidrogenada apresentaram valores de contração que excederam os aceitos pela especificação. Observaram também que a condutividade influenciou na estabilidade dimensional, solubilidade e desintegração.

Em 2000, Valera et al.<sup>75</sup> analisaram a morfologia dos cimentos Sealapex, Apexit, Sealer 26 e Ketac-Endo por meio da microscopia de força atômica, verificando-se as características de suas partículas após a obturação dos canais radiculares de 16 dentes unirradiculares humanos extraídos. Os dentes permaneceram 6 meses em contato com o plasma sanguíneo humano, em estufa a 37°. Com o auxílio da microscopia de força atômica e fotomicrografias em diferentes ampliações, verificou-se que o cimento Apexit foi o que mais sofreu desintegração após 6 meses de imersão em plasma sanguíneo humano, seguido pelo Ketac-Endo e Sealapex. Sealer 26 mostrou-se mais uniforme e com a menor desintegração.

A formação de fenda ao longo do canal obturado apenas com gutta percha, e com gutta percha e cimento endodôntico (Pulp Canal Sealer), em estudo laboratorial, foi realizado por Wu et al.<sup>83</sup> (2000). Os autores utilizaram 80 incisivos centrais humanos extraídos, obturados com auxílio de calor ou clorofórmio suavizado. Após medidas de 48 horas e 6 meses, por meio do modelo de transporte fluídico, observaram que o selamento foi afetado pela alteração de volume de ambos, gutta percha e cimento endodôntico, e que a redução da infiltração, devido à presença da gutta percha, tem compensado a extensa infiltração ocasionada pela dissolução do cimento endodôntico.

Em 2001, Ørstavik et al.<sup>58</sup> realizaram um estudo a respeito da alteração dimensional acompanhando a presa dos materiais obturadores do canal radicular, AH26, Procosol, Sealapex e Ketac-Endo. Seguindo o plano da ISO<sup>39</sup> para materiais obturadores de canais

radiculares, os autores realizaram medidas, através de um transdutor de deslocamento, de amostras de vários cimentos endodônticos confeccionados em moldes cilíndricos. Após medições a cada 4 semanas, tendo um período total de 48 semanas, observaram que o cimento Sealapex não pôde ser utilizado nas medições, pois se desintegrou antes do período final de avaliação. Alguns materiais, como AH26 e Procosol, excederam claramente o limite de expansão máxima e Ketac-Endo alcançou o limite de 1% para a contração. Por fim, os autores observaram que, para a maioria dos materiais, a principal alteração dimensional ocorreu dentro das primeiras 4 semanas.

As propriedades físicas e químicas de escoamento, tempo de presa, solubilidade e radiopacidade foram estudadas por Deonizio et al.<sup>24</sup> (2003) no intuito de avaliar se os cimentos mais utilizados na Endodontia, até então, estavam dentro das exigências da Norma ISO 6876<sup>39</sup>. Após confecção dos espécimes e seguindo-se a metodologia recomendada pela norma, os autores puderam observar que o cimento AH Plus apresentou os maiores valores de escoamento, assim como maior tempo de trabalho. Óxido de zinco e eugenol apresentou o melhor tempo de presa e Sealer 26, a melhor radiopacidade. A solubilidade dos materiais, do menos solúvel para o mais solúvel, foi observada no óxido de zinco e eugenol, Endomethasone, Endofill, Sealer 26 e AH Plus. Finalmente, observaram que todos os cimentos testados, óxido de zinco e eugenol, Endomethasone, Endofill, AH Plus e Sealer 26, estão dentro das exigências da Norma ISO<sup>39</sup> 6876-2.

Em 2003, Schäfer, Zandbiglari<sup>67</sup> avaliaram a solubilidade de 8 cimentos endodônticos em água e saliva artificial. As amostras de AH26, AH Plus, RSA RoekoSeal, Apexit, Sealapex, Aptal-Harz, Ketac-Endo e Diaket foram armazenadas em água bidestilada ou saliva artificial, com diferentes pH (7,0; 5,7 e 4,5), em diferentes períodos (30 segundos, 1, 2, 5, 10 e

20 minutos, 1, 2, 10, 24, 48 e 72 horas, 14 e 28 dias). Após o cálculo da perda de massa inicial e final das amostras, os autores observaram que a maioria dos cimentos endodônticos apresentou pouca solubilidade, mas que, cimentos endodônticos como Sealapex e Ketac-Endo, mostraram perda de massa em todos os líquidos. Após 28 dias de armazenamento, a maioria dos cimentos mostrou perda de massa menor que 3% e ocorreu maior perda de massa no material armazenado em saliva (pH 4,5) do que no material armazenado em água. Entretanto, o cimento AH Plus mostrou a menor perda de massa, independente da solução armazenada.

Carvalho-Júnior et al.<sup>17</sup> (2003) avaliaram o cimento Ketac-Endo, comparando-o ao Endofill, N-Rickert e Sealer 26 em termos de desintegração, solubilidade e alteração dimensional. As amostras, após terem suas dimensões pesadas e medidas logo após a confecção e após 7 dias de armazenamento em água destilada a 37°, tiveram os resultados para solubilidade e desintegração expressos em percentagem de perda da massa original, bem como os resultados para alteração dimensional expressos em percentagem de alteração volumétrica. A partir dos dados obtidos, os autores concluíram que os cimentos estudados estavam de acordo com a especificação da ADA<sup>2</sup> para propriedade de alteração dimensional, estando apenas o Ketac-Endo apresentando contração considerável. Em termos de solubilidade e desintegração, observaram que Ketac-Endo e Endofill apresentaram valores maiores que os aceitos pela especificação, e que Sealer 26 e N-Rickert mostraram os menores valores, estando dentro do preconizado pela Norma.

Em 2003, McMichen et al.<sup>52</sup> fizeram um estudo comparativo das propriedades físicas e químicas de 5 cimentos endodônticos (AH Plus, Tubli-Seal, Endion, Apexit e Roth 801). A solubilidade foi medida conforme a alteração de peso das amostras antes e após

armazenamento em água destilada a 37° por um período de 3 meses. Foi observado que a taxa de dissolução desses materiais é muito maior que a habilidade em absorver fluido e que a perda de peso após a dessecação final do material mostrou um resultado de perda no período de teste.

A solubilidade e a presença de poros nas diferentes proporções do MTA foram analisadas por Fridland, Rosado<sup>30</sup> (2003). O material foi dividido em quatro diferentes grupos I, II, III e IV, correspondendo a proporções de 0,26; 0,28; 0,30 e 0,33 gramas de água destilada para cada grama de MTA. Após a confecção de espécimes cilíndricos, o material foi acondicionado em estufa a 37° por 21 horas e, após esse período, deixado em dessecador por 24 horas. Os dados de solubilidade foram coletados a partir da percentagem de perda de massa das amostras, pesadas antes e após a colocação do material em dessecador. A presença de poros nas amostras foi observada com o auxílio de microscópio eletrônico de varredura. Os autores puderam observar, após análise dos resultados, que os grupos apresentaram a seguinte ordem crescente de solubilidade: I, II, III, IV; mostrando que a proporção pó-líquido é diretamente proporcional ao grau de solubilidade. A presença de poros foi observada em todas as amostras.

Camps et al.<sup>16</sup> (2004) avaliaram a solubilidade e alteração dimensional dos cimentos endodônticos Pulp Canal Sealer e Cortisomol, em diferentes proporções pó-líquido. Baseados na norma ISO 6876<sup>39</sup> para a realização do experimento, amostras cilíndricas confeccionadas tiveram suas dimensões medidas logo após sua confecção e após um período de 30 dias de armazenamento em água destilada a 37°, obtendo a percentagem da variação das dimensões das amostras no início e final do período. Amostras confeccionadas para os testes de solubilidade tiveram sua massa mensurada logo após sua presa e no final do período de 24

horas armazenadas em água destilada a 37°. Os dados foram obtidos pela percentagem da diferença de massa das amostras no início e final do período. Após análise dos resultados, os autores observaram que não houve diferença estatisticamente significativa nos valores obtidos pelas diferentes proporções pó-líquido para o Cortisomol e que, em relação a alteração dimensional, esses materiais não se encontram dentro dos valores aceitos pela Norma. O cimento endodôntico Pulp Canal Sealer também não mostrou diferença estatisticamente significativa nos valores obtidos pelas diferentes proporções pó-líquido. Com relação à solubilidade, Cortisomol mostrou diminuição com o aumento da proporção pó-líquido; Pulp Canal Sealer não mostrou diferença estatisticamente significativa nos valores das diferentes proporções. Além disso, esses materiais estão dentro das especificações da Norma para essa propriedade.

O estudo da solubilidade do MTA, realizada por Fridland, Rosado<sup>31</sup>, foi estendido no estudo realizado em 2005. Neste, a solubilidade foi avaliada ao longo de 78 dias. Seguindo a norma ISO 6876<sup>39</sup> para realização do experimento, amostras de duas diferentes proporções - 0,28 e 0,33 gramas de água para cada grama de pó do MTA - foram confeccionadas e a massa foi mensurada periodicamente até o período final. Dois tipos de solubilidade foram avaliados: solubilidade diária e solubilidade cumulativa. Após análise dos resultados os autores observaram que nas duas diferentes proporções do MTA houve um decréscimo da solubilidade diária, porém, a solubilidade cumulativa mostrou valores significativos.

A presença de poros e vacúolos nos cimentos endodônticos, bem como sua relação com a desintegração e a resistência à compressão, foi observada em trabalho realizado por Mutal, Gani<sup>53</sup> (2005). Os autores prepararam espécimes de diferentes cimentos endodônticos (Pulp Canal Sealer, Tubli-Seal, Endomethasone, Roth 801, Ketac-Endo, AH26, AH Plus,

Apexit, Sealer 26 e Sealapex). Consideraram a tomada de presa quando não fosse mais possível fazer indentações nos materiais e, então, dividiram os espécimes em dois grupos: para avaliação da superfície do material, e para avaliação da região de fratura, que foi provocada manualmente. Por meio de microscópio eletrônico de varredura, avaliaram a presença ou não de poros e vacúolos, o tamanho destes, bem como defeitos na face dos cimentos e no local da fratura. Após avaliação da estrutura destes espécimes os autores concluíram que poros e vacúolos estão frequentemente presentes nos cimentos endodônticos e que a frequência destes depende da densidade dos materiais e se contêm ou não hidróxido de cálcio. Concluíram, também, que quanto maior a quantidade de poros e vacúolos presente, mais frágil e mais suscetível à erosão é o material.

Chng et al.<sup>19</sup> (2005), avaliaram as propriedades físicas e químicas de alteração dimensional, tempo de presa, solubilidade e radiopacidade do material VERRM, comparando-o ao MTA. Para realização do experimento os autores basearam-se na norma ISO<sup>39</sup>. Avaliaram a solubilidade logo após a presa dos espécimes confeccionados e após um período de 24 horas. Avaliaram, também, e a alteração dimensional pela medida volumétrica dos espécimes logo após a presa, e após um período de 30 dias. De posse dos resultados, os autores puderam concluir que os valores de tempo de presa do MTA foram significativamente maiores que os do VERRM. O MTA mostrou solubilidade pronunciadamente inferior ao VERRM. Já as propriedades de alteração dimensional e radiopacidade não mostraram diferenças estatisticamente significante.

Eldeniz, Orstavik<sup>26</sup> (2005), realizaram estudo de algumas propriedades físicas dos cimentos endodônticos Epiphany, Acroseal, EndoRez, Apexit, RC Sealer, RoekoSeal e GuttaFlow. O estudo da resistência à compressão foi realizado por meio de espécimes



cilíndricos colocados em máquina de ensaios mecânicos, após período de 1, 4, 18, 24 e 48 horas de armazenamento em água destilada a 37°. Após os testes e análise dos resultados, os autores observaram que, com exceção do Epiphany, a máxima resistência à compressão ocorreu logo após a confecção e presa dos espécimes; os demais materiais mostraram decréscimo da resistência após período de 2 dias; Roeko-Seal e RC sealer mostraram-se inadequados para o referido teste, pois a fratura dos espécimes ocorreu já no início do teste na máquina de ensaios mecânicos. Para as demais propriedades, os cimentos mostraram-se estar de acordo com as exigências da norma ISO<sup>39</sup>.

Em 2006, Islam et al.<sup>38</sup> compararam as propriedades físicas e químicas de solubilidade, alteração dimensional e resistência à compressão do MTA cinza (WMTA), ProRoot MTA (PMTA), Cimento Portland (OP) e cimento Portland branco (WP). Baseados nas normas ISO<sup>39</sup> e BSI<sup>12</sup>, os autores realizaram os testes de alteração dimensional a partir de amostras cilíndricas cujas dimensões foram medidas no início da confecção e presa das amostras e após 30 dias de imersão em água destilada a 37°. A solubilidade foi avaliada a partir de moldes cilíndricos cuja massa foi mensurada logo após a confecção e presa das amostras e após 24 horas. Moldes, também cilíndricos, foram utilizados para avaliação da resistência à compressão, em máquina de ensaios mecânicos, logo após a confecção e presa das amostras, e após 3 e 28 dias imersos em água destilada a 37°. Com a análise dos resultados, os autores puderam observar que WMTA mostrou solubilidade significativamente maior que a dos outros materiais e que não houve diferença significativa na solubilidade do OP e WP, mas a solubilidade desses dois foi maior que a do PMTA. WMTA e PMTA mostraram alteração dimensional significativamente menor que WP e OP. Os valores de resistência à compressão do PMTA e WMTA também foram maiores que OP e WP, após 28 dias.

A solubilidade, microdureza e radiopacidade dos cimentos endodônticos ProRoot MTA e 2 tipos de cimentos Portland (CEM I e CEM II), foi avaliada por Danesh et al.<sup>23</sup> (2006). A perda de massa após 1 e 10 minutos, 1, 24 e 72 horas, e 28 dias foi avaliada para verificar o grau de solubilidade desses cimentos endodônticos e foi possível observar que, após 1 minuto, a solubilidade dos 2 tipos de cimento Portland foi muito maior que a do ProRoot MTA. A avaliação da microdureza por 30 segundos com carga de 100 gramas, em máquina de microdurômetro foi realizada e mostrou que a microdureza do ProRoot MTA foi significativamente maior que a dos cimentos Portland. Já a radiopacidade, avaliada em mm de alumínio, mostrou que o cimento endodôntico ProRoot MTA é bem mais radiopaco que os Portland. Assim, os autores puderam concluir que o ProRoot MTA é superior ao Portland no que se refere às propriedades acima descritas.

Em 2006, Versiani et al.<sup>76</sup> realizaram um estudo comparativo das propriedades físicas e químicas de solubilidade e desintegração, escoamento e alteração dimensional dos cimentos AH Plus e Epiphany. Os experimentos seguiram as normas da especificação ANSI/ADA<sup>2</sup> n°57. Os testes de solubilidade e desintegração mostraram - após 28 dias de armazenamento dos espécimes em água - que a solubilidade do AH Plus foi inferior à do Epiphany. Os testes de escoamento do AH Plus e Epiphany mostraram não haver diferença estatisticamente significativa entre eles; já com relação à alteração dimensional, a expansão do Epiphany foi significativamente maior que a do AH Plus após 30 dias de armazenamento em água destilada a 37°. Após análise dos resultados, os autores puderam concluir que, com relação ao escoamento, esses cimentos endodônticos se encontram dentro das exigências da Especificação. A solubilidade do Epiphany não está de acordo com as exigências dessa norma; e no tocante a alteração dimensional, ambos os cimentos estão fora do que preconiza a ANSI/ADA<sup>2</sup>.

Seguindo a metodologia colocada pela ISO 6876<sup>39</sup>, Donnelly et al.<sup>25</sup> (2007) avaliaram a absorção de água e solubilidade de cimentos endodônticos à base de metacrilato (EndoREZ, Epiphany e InnoEndo), comparando-os aos cimentos endodônticos Kerr EWT, Ketac-Endo (controles positivos) e Gutta Flow e AH Plus (controles negativos). Por meio da mensuração periódica de massa, das amostras hidratadas e desidratadas, os autores puderam observar que o Epiphany apresentou a maior absorção de água, seguido de Ketac-Endo, InnoEndo, EndoREZ, AH Plus, GuttaFlow e Kerr EWT. Solubilidade significativamente maior foi observada nos materiais à base de metacrilato, e no cimento endodôntico Kerr EWT, quando comparados ao Ketac-Endo, AH Plus e GuttaFlow.

Carvalho-Júnior et al.<sup>18</sup> (2007) avaliaram a solubilidade e alteração dimensional dos cimentos endodônticos Endofill e AH Plus, seguindo a metodologia colocada pela norma ADA<sup>2</sup>, porém, com amostras de dimensões bem menores que as propostas por esta. Por meio da determinação da diferença de massa das amostras no início de sua confecção e após 24 horas de imersão em água destilada, os autores puderam observar que Endofill apresentou maiores valores de solubilidade que o AH Plus. O cimento endodôntico Endofill apresentou contração e AH Plus expansão, após 30 dias de imersão em água destilada. Além disso, os autores afirmaram que são válidos os testes físico-químicos utilizando amostras de dimensões menores, que utilizam menor quantidade de material.

Em 2008, Camilleri<sup>15</sup> investigou as propriedades de tempo de presa, resistência à compressão, pH e solubilidade dos cimentos Portland branco, Portland branco sem a presença de gipsita (Proto A) e Portland branco misturado a óxido de bismuto (Proto B). Após os testes de resistência à compressão, num período de 1, 7 e 28 dias de armazenamento em água destilada, o autor pôde observar que Proto B apresentou a menor resistência à compressão, e

que essa propriedade foi similar em Proto A e Portland branco, em todos os períodos. Nos testes de solubilidade, foi observado que todos os materiais tiveram aumento de 12% em sua massa original, após imersão em água destilada por 1 dia, e não favoreceram a absorção após 28 dias. A adição de óxido de bismuto aumentou a absorção de água do material.

Diante dos estudos encontrados na literatura específica, novas pesquisas devem ser realizadas com o objetivo de avaliar as propriedades físico-químicas dos cimentos endodônticos, principalmente os mais recentes e em fase experimental.

### **3 Proposição**

O propósito do presente estudo foi avaliar os cimentos endodônticos Acroseal, AH Plus, Epiphany e Polifil (cimento endodôntico experimental), no que se refere às propriedades:

- 1) solubilidade e desintegração;
- 2) alteração dimensional;
- 3) resistência à compressão

## 4 MATERIAL E MÉTODO

### 4.1 Material

O experimento foi realizado no laboratório da Disciplina de Endodontia da Faculdade de Odontologia de Araraquara – UNESP.

Foram utilizados nessa pesquisa os cimentos endodônticos Acroseal, AH Plus, Epiphany e Polifil (cimento experimental à base de polímero da mamona, material em desenvolvimento no departamento de Endodontia da Faculdade de Odontologia de Araraquara/UNESP) (Figura 1).

Lotes utilizados:

Acroseal – P2 209; P2 224

AH Plus – 0703001219

Epiphany – 143930; 149468

Polifil – \_\_\_\_\_

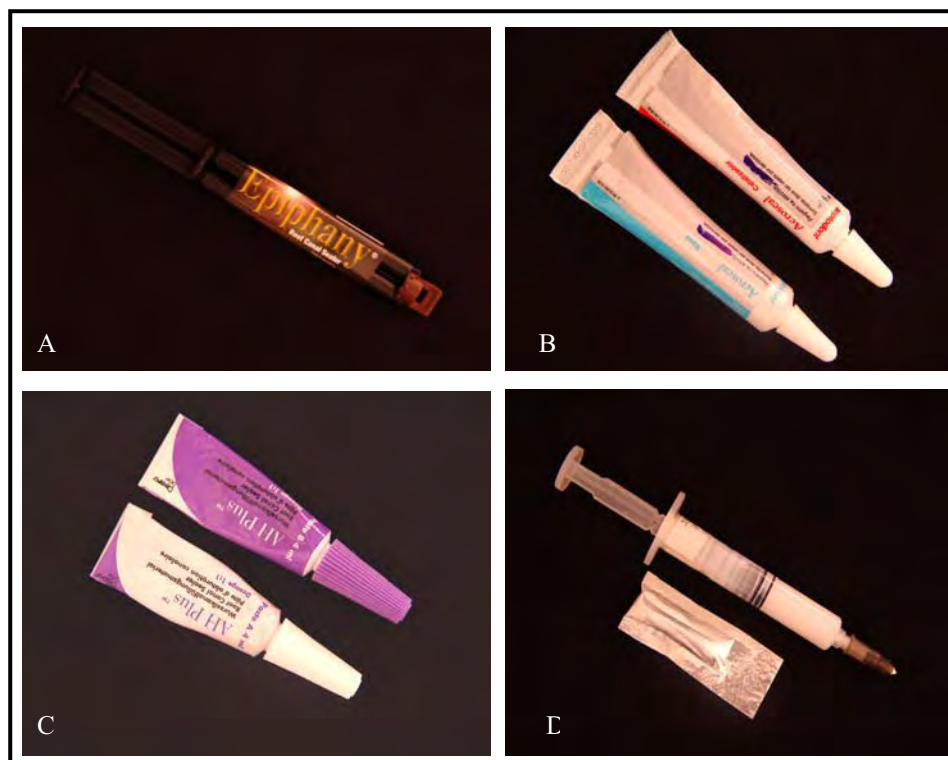


FIGURA 1- cimentos endodônticos. A) Epiphany; B) Acroseal; C) AH Plus  
D) Polifil.

Os materiais selecionados para este estudo e a composição química constam no Quadro abaixo:

Quadro 1- Cimentos endodônticos e composição química

Material	Composição química
Acroseal*	Pasta base: metenamina, enoxolona, Excipiente radiopaco sub-carbonato de bismuto, colofane, óleo de parafina e terebintina. Pasta catalisadora: hidróxido de cálcio, diglicidileter de bifenol A, excipiente radiopaco sub-carbonato de bismuto e pigmento amarelo 10.
AH Plus**	Pasta A: resina epóxica, tungsteanato de cálcio, óxido de zircônio, aerosil, óxido de ferro. Pasta B: amina Adamantina, N, N-diberencil-5-oxanonano-diamina-1,9, TCD-diamina, tungsteanato de cálcio, óxido de zircônio, aerosil, óleo de silicone
Epihany***	Resinas UDMA, PEGDMA, EBPADMA, BISGMA, silano, borosilicato de bário, sulfato de bário, sílica, hidróxido de cálcio, bismuto oxiclорídrico com aminas, peróxido, foto iniciador, estabilizantes e pigmentos.
Polifil****	Pasta: óxido de zinco, carbonato de cálcio, polioli. Líquido: pré-polímero

\*Septodont/France

\*\* Dentsply De Trey /Germany

\*\*\* Pentron/USA

\*\*\*\* Poliquil Araraquara Polímeros Químicos Ltda.

## 4.2 Método

Todos os cimentos foram proporcionados e manipulados de acordo com as instruções dos fabricantes, em temperatura ambiente.

Para os testes de solubilidade e desintegração, alteração dimensional e resistência à compressão foram utilizadas as seguintes proporções (Tabela 1):

Tabela 1 – Cimentos endodônticos, propriedade e quantidade

<b>Cimento endodôntico</b>	<b>Solubilidade e desintegração</b>	<b>Alteração dimensional</b>	<b>Resistência à compressão</b>
Proporção de Acroseal	0,50g pasta base 0,50g pasta catalisadora	0,35g pasta base 0,35g pasta catalisadora	0,35g pasta base 0,35g pasta catalisadora
Proporção de AH Plus	1,0g pasta A 1,1g pasta B	0,50g pasta A 0,55g pasta B	0,50g pasta A 0,55g pasta B
Proporção de Epiphany	0,75g pasta base 0,75g pasta catalisadora	0,50g pasta base 0,50g pasta catalisadora	0,50g pasta base 0,50g pasta catalisadora
Proporção de Polifil	0,88g pasta 0,30g líquido	0,59g pasta 0,20g líquido	0,59g pasta 0,20g líquido

A Tabela 1 mostra quantidades iguais para as pastas base e catalisadora dos cimentos endodônticos Acroseal e Epiphany. Esse fato ocorreu porque, na mensuração de massa individual das duas pastas, base e catalisadora, a diferença de massa entre elas recaiu em milésimo de grama. Esse valor foi desprezado pelo fato dessa diferença ser passível de ocorrer, uma vez que a colocação da proporção foi feita manualmente.

#### 4.2.1 Solubilidade e desintegração

Os testes de solubilidade e desintegração seguiram a norma ISO<sup>39</sup> 6876-2, de 2001, porém, com modificações nos moldes e períodos experimentais.

Na confecção dos espécimes, foram utilizados moldes de teflon, medindo 4mm de espessura, 12mm de diâmetro interno e 2mm de parede<sup>6,7</sup> (Figuras 2A e 2B). Em cada molde foi feita uma perfuração em sua parede, com fresa carbide n°2, para passagem de um fio de nylon de 150mm de comprimento, que serviu para a suspensão das amostras. Os moldes foram colocados sobre placa de vidro de 10mm de espessura, 25mm de largura e 75mm de comprimento, recobertas por uma fina lâmina de papel celofane. A seguir, os moldes foram preenchidos com os cimentos endodônticos recém manipulados com espátula n° 24 (Duflex) e cobertos com outra placa de vidro de mesmas dimensões da primeira, também recoberta com



lâmina de papel celofane. O conjunto foi pressionado manualmente, de modo que as lâminas de papel celofane tocassem uniformemente toda a face do cimento endodôntico. Após isso, cada conjunto foi levado à estufa a  $37^{\circ}$  ( $\pm 1^{\circ}$ ) e umidade relativa de 95%, onde ficou armazenado por um período relativo a 3 vezes o tempo de presa do cimento endodôntico indicado pelo fabricante. Os conjuntos contendo cimento endodôntico Epiphany, após fotoativação, foram levados ao interior da estufa após serem colocados no interior de um recipiente plástico com tampa, contendo 50ml de água destilada e placa de vidro de 15mm de espessura, 25mm de largura e 75mm de comprimento. A placa de vidro serviu de suporte para os conjuntos, evitando que estes entrassem em contato direto com a água destilada. Tal procedimento auxiliou na presa desse cimento endodôntico. Decorrido esse tempo, as placas de vidro e lâminas de papel celofane foram removidas, os espécimes nos moldes tiveram suas faces aplainadas com lixa d'água de granulação 600 (3M, Brasil), removendo resíduos ou partículas soltas (Figura 2C). Em seguida, as amostras tiveram sua massa mensurada em balança de precisão (AND modelo GR-202, Tokyo, Japão), (Figura 2F), foram colocadas em dessecador (Figura 2E) por 24 horas e novamente tiveram sua massa mensurada. Posteriormente, as amostras ficaram suspensas pelo fio de nylon no interior de um recipiente plástico com tampa perfurada no centro, com capacidade de 70ml, contendo 50ml de água destilada colocada com dosador, ficando assim, as amostras sem contato algum com as paredes do recipiente (Figura 2D). Esse conjunto foi levado à estufa a  $37^{\circ}$  ( $\pm 1^{\circ}$ ) e 95% de umidade relativa, onde ficaram armazenadas por 24 horas; foram então removidas dos recipientes, secas com papel absorvente, mensuradas as massas, levadas ao dessecador por mais 24 horas e então tiveram novamente sua massa mensurada. Depois, foram colocadas novamente nos recipientes contendo nova água destilada e levadas novamente à estufa a  $37^{\circ}$  ( $\pm 1^{\circ}$ ) e 95% de umidade relativa. Esse procedimento foi repetido pelos períodos de 48 e 72 horas, 7, 14, 30, 60 e 90 dias. Cada mensuração da massa foi feita 3 vezes consecutiva. É

importante salientar que, a cada período experimental, foi trocada a água destilada dos recipientes.

Foram confeccionados 40 espécimes no total, divididos em 4 grupos de 10 espécimes cada correspondendo aos cimentos endodônticos Acroseal, AH Plus, Epiphany e Polifil.

A solubilidade dos cimentos endodônticos foi identificada pela alteração da massa de cada amostra, expressa como o percentual de massa perdida em comparação à massa inicial. A desintegração foi identificada visualmente, pela observação de resíduos nos recipientes e pela turbidez da água destilada.

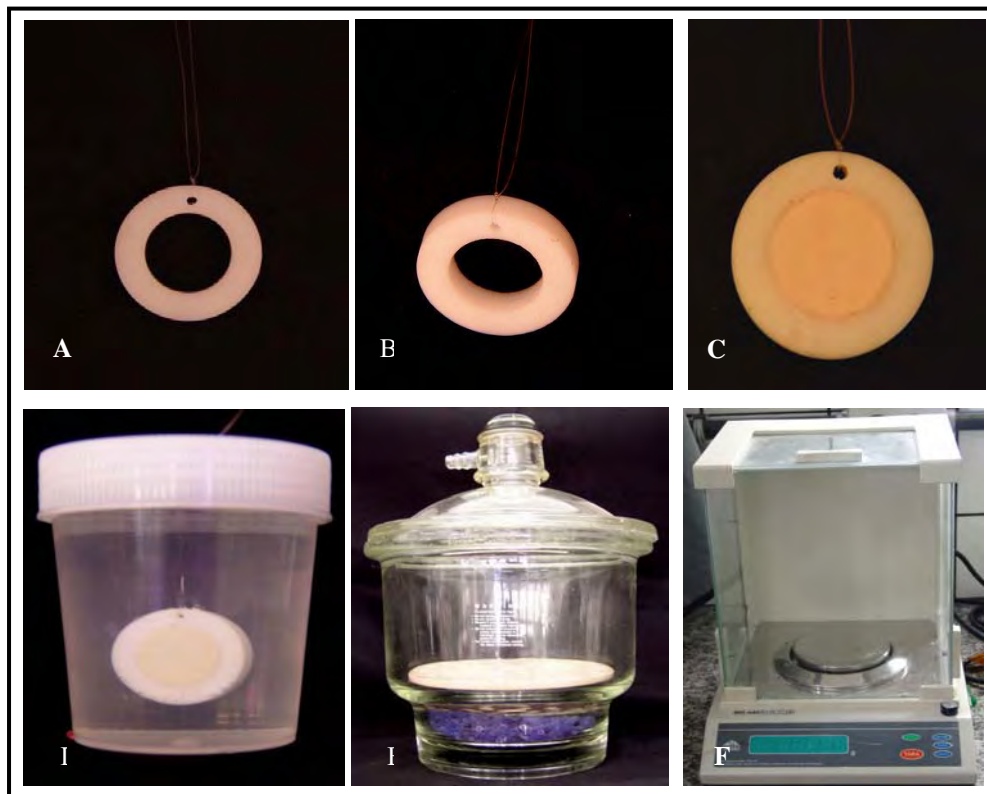


FIGURA 2 – ferramentas para o teste de solubilidade e desintegração. A) molde visto por cima; B) molde visto em ângulo de 45°; C) molde com cimento endodôntico; D) conjunto molde/cimento endodôntico em recipiente com água; E) dessecador; F) balança de precisão.

#### 4.2.2 Alteração dimensional

Os testes de alteração dimensional seguiram a norma ISO<sup>39</sup> 6876-2, de 2001, com modificações nos períodos experimentais.

Na confecção dos espécimes, foram utilizados moldes de teflon, medindo 12mm de espessura e 6mm de diâmetro (Figuras 3A e 3B). Os moldes foram colocados sobre placa de vidro de 10mm de espessura, 25mm de largura e 75mm de comprimento, recobertas por uma fina lâmina de papel celofane. A seguir, os moldes foram preenchidos com os cimentos endodônticos recém manipulados com espátula n° 24 (Duflex) e cobertos com outra placa de vidro de mesmas dimensões da primeira, também recoberta com lâmina de papel celofane. O conjunto foi pressionado manualmente, de modo que as lâminas de papel celofane tocassem uniformemente toda a face do cimento endodôntico. Após isso, cada conjunto foi levado à estufa a 37° ( $\pm 1^\circ$ ) e 95% de umidade relativa, onde ficaram armazenados por um período relativo a 3 vezes o tempo de presa de cada cimento endodôntico, indicado pelo fabricante. Os conjuntos contendo cimento endodôntico Epiphany, após fotoativação, foram levados ao interior da estufa após serem colocados no interior de um recipiente plástico com tampa, contendo 50ml de água destilada e placa de vidro de 15mm de espessura, 25mm de largura e 75mm de comprimento. A placa de vidro serviu de suporte para os conjuntos, evitando que estes entrassem em contato direto com a água destilada. Tal procedimento auxiliou na presa desse cimento endodôntico. Decorrido esse tempo, as amostras foram aplainadas com lixa d'água de granulação 600 (3M, Brasil), removidas dos moldes (Figura 3C) e suas dimensões foram medidas, no sentido longitudinal, com paquímetro digital (Mitutoyo500 –144, China), com precisão de 0,01mm (Figuras 3D e 3E). Posteriormente, as amostras foram individualmente armazenadas em recipientes plásticos numerados, com capacidade de 70ml, contendo 50ml de água destilada, colocada com dosador, e levadas à estufa a 37° ( $\pm 1^\circ$ ) e 95%

de umidade relativa, onde ficaram armazenadas por 24 horas. Após esse período, as amostras foram removidas dos recipientes, secas com papel absorvente e tiveram suas dimensões medidas. Novamente foram armazenadas nos recipientes plásticos contendo mesmo volume de água destilada, em estufa a  $37^{\circ} (\pm 1^{\circ})$  e 95% de umidade relativa. Esse procedimento foi repetido pelos períodos de 48 e 72 horas, 7, 14, 30, 60 e 90 dias. A água destilada foi trocada após cada análise.

Foram confeccionados 40 espécimes no total, divididos em 4 grupos de 10 espécimes cada correspondendo aos cimentos endodônticos Acroseal, AH Plus, Epiphany e Polifil.

A alteração dimensional foi identificada como a percentagem de alteração volumétrica no final de cada período em comparação ao o período inicial.

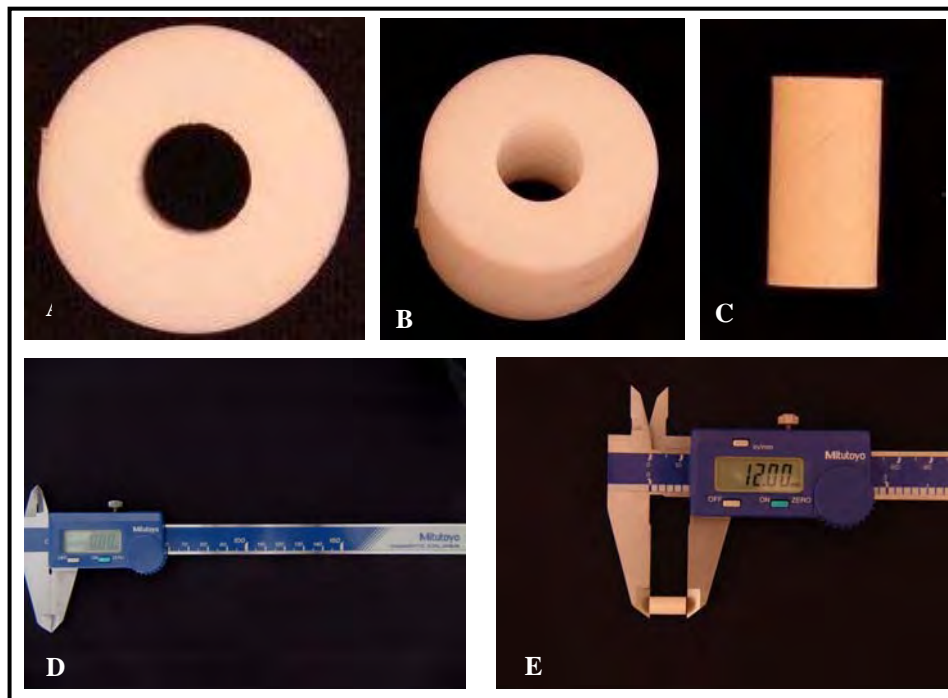


FIGURA 3 – ferramentas para confecção e teste de alteração dimensional. A) molde visto de cima; B) molde visto em ângulo de  $45^{\circ}$ ; C) corpo-de-prova; D) paquímetro digital; E) medida da altura do corpo-de-prova com paquímetro digital.

### 4.2.3 Resistência à compressão

Os testes de resistência à compressão seguiram a norma ISO 9917-1, de 2003, porém, com modificações nas dimensões dos moldes e períodos experimentais.

Para esse teste foram confeccionados espécimes a partir de moldes de teflon, medindo 12mm de espessura e 6mm de diâmetro (Figuras 4A e 4B). Os moldes foram colocados sobre placa de vidro de 1mm de espessura, 25mm de largura e 75mm de comprimento, recobertas por uma fina lâmina de papel celofane. A seguir, os moldes foram preenchidos com os cimentos endodônticos recém manipulados com espátula nº 24 (Duflex) e cobertos com outra placa de vidro de mesmas dimensões da primeira, também recoberta com lâmina de papel celofane. O conjunto foi pressionado manualmente, de modo que as lâminas de papel celofane tocassem uniformemente toda a face do cimento endodôntico. Após isso, cada conjunto foi levado à estufa a 37° ( $\pm 1^\circ$ ) e 95% de umidade relativa, onde ficou armazenado por um tempo relativo a 3 vezes o tempo de presa colocado pelo fabricante. Os conjuntos contendo cimento endodôntico Epiphany, após fotoativação, foram levados ao interior da estufa após serem colocados no interior de um recipiente plástico com tampa, contendo 50ml de água destilada e placa de vidro de 15mm de espessura, 25mm de largura e 75mm de comprimento. A placa de vidro serviu de suporte para os conjuntos, evitando que estes entrassem em contato direto com a água destilada. Tal procedimento auxiliou na presa desse cimento endodôntico. Em seguida, os espécimes tiveram suas faces polidas com lixa d'água de granulação 600 (3M, Brasil), removidas dos moldes (Figura 3C) e levadas à Máquina de Ensaio MTS – 810 Material Test System, com velocidade de 1mm/min. (Figuras 4D e 4F), onde os espécimes foram pressionados até a fratura e tiveram os valores de resistência à compressão determinados (Figura 4E).

Esse mesmo procedimento foi realizado após nova confecção dos espécimes e armazenamento em água destilada, em estufa a  $37^{\circ}$  ( $\pm 1^{\circ}$ ) e 95% de umidade relativa, por períodos de 7, 14, 30, 60 e 90 dias.

Foram confeccionados 168 espécimes no total, divididos em 4 grupos de 42 espécimes cada, correspondendo, respectivamente, aos cimentos endodônticos Acroseal, AH Plus, Epiphany e Polifil. Cada grupo foi subdividido em 6 outros grupos, correspondendo aos períodos experimentais: imediatamente após o preparo e presa das amostras, 7, 14, 30, 60 e 90 dias de armazenamento.

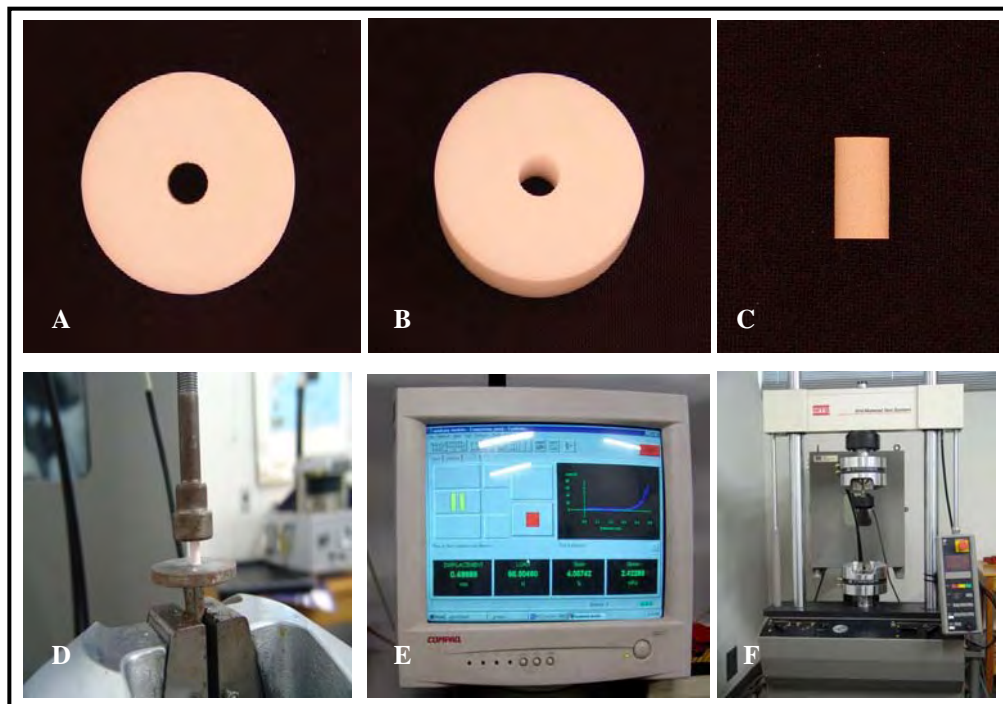


FIGURA 4 – ferramentas para confecção e teste de resistência à compressão. A) molde visto de cima; B) molde visto em ângulo de  $45^{\circ}$ ; C) corpo-de-prova; D) corpo-de-prova submetido ao teste; E) valores de resistência, mostrados pelo computador; F) máquina de ensaios mecânicos.

#### 4.2.4 Forma de análise dos resultados

A desintegração foi observada pela simples análise visual do meio líquido.

Os resultados foram submetidos à análise estatística, empregando-se o teste de Tukey, com nível de significância de 1% para os resultados de solubilidade; teste de Tukey, com nível de significância de 5% para os resultados de alteração dimensional; e teste de Tamhane, com nível de significância de 5% para os resultados de resistência à compressão. A esse teste foi incorporado o procedimento de Welch.

Os cálculos foram realizados por meio do programa computacional “SPSS 13.0 for Windows”.

#### 4.2.5 Equipamentos Disponíveis

Os equipamentos disponíveis para a realização do estudo foram os seguintes:

Equipamento de ensaios mecânicos Material Test System - MTS 810, com câmara climática para ensaios até 500°C, equipado com o software “Test Star II”, que serve tanto para o acionamento da máquina, como o tratamento dos dados estatísticos.

Paquímetro digital Mitutoyo 500 – 144.

Balança de precisão (AND modelo GR-202, Tokyo, Japão).

## 5 Resultado

### 5.1 Solubilidade e desintegração

A avaliação dos cimentos em estudo quanto à solubilidade, considerando-se amostras hidratadas e desidratadas, em períodos consecutivos de medição, foi feita por análises de variância. Estas análises foram complementadas por comparações múltiplas entre médias pelo teste de Tukey. Empregou-se o nível de significância de 1% para a tomada de decisões.

As médias e desvios padrão das massas iniciais são mostrados na Tabela 2.

Tabela 2 - Médias e desvios padrão (DP) de massas iniciais, em grama

Cimento	Hidratação	Média	DP
Acroseal	Hidratada	2,508	0,019
Acroseal	Desidratada	2,502	0,023
AH Plus	Hidratada	3,196	0,040
AH Plus	Desidratada	3,195	0,041
Epiphany	Hidratada	2,836	0,019
Epiphany	Desidratada	2,832	0,020
Polifil	Hidratada	2,260	0,018
Polifil	Desidratada	2,260	0,018

Uma análise de variância mostrou que há diferença significativa entre as médias das massas iniciais dos quatro cimentos, mas nunca entre as duas médias da massa, hidratada e desidratada, de um mesmo cimento.

As análises foram realizadas sobre a percentagem de variação de massa em relação à massa inicial.

Uma análise de variância conjunta indicou interação tripla significativa. Então, ela foi subdividida em 2 análises: para cada cimento ao longo do tempo e entre cimentos em cada tempo. Para compensar essa fragmentação da análise, foi adotado um nível de significância mais rigoroso de 1%.



Na Tabela 3 são apresentadas as médias e desvios padrão de percentagem de alteração de massa em relação à inicial, juntamente com os resultados da aplicação do teste de Tukey ao nível de significância de 1%. Letras minúsculas iguais em uma mesma linha ou maiúsculas iguais em uma mesma coluna indicam médias não significativamente diferentes por este teste.

Tabela 3 - Médias e desvios padrão (DP) de percentagem de alteração de massa (médias acompanhadas de letras minúsculas iguais em uma mesma linha ou maiúsculas iguais em uma mesma coluna não são significativamente diferentes pelo teste de Tukey ao nível de 1%)

Material	Tipo		1d	2d	3d	7d	14d	30d	60d	90d
Acroseal	Hi	M	0,08 <sup>A</sup> <sub>a</sub>	0,28 <sup>B</sup> <sub>ab</sub>	0,45 <sup>A</sup> <sub>b</sub>	0,52 <sup>C</sup> <sub>b</sub>	1,07 <sup>D</sup> <sub>c</sub>	1,92 <sup>D</sup> <sub>d</sub>	4,24 <sup>F</sup> <sub>e</sub>	4,75 <sup>E</sup> <sub>f</sub>
		D	0,11 <sup>A</sup> <sub>a</sub>	0,10 <sup>AB</sup> <sub>ab</sub>	0,12 <sup>B</sup> <sub>a</sub>	0,12 <sup>BC</sup> <sub>ab</sub>	0,17 <sup>C</sup> <sub>b</sub>	0,31 <sup>C</sup> <sub>c</sub>	0,49 <sup>E</sup> <sub>d</sub>	0,47 <sup>D</sup> <sub>e</sub>
	De	M	0,06 <sup>A</sup> <sub>a</sub>	0,15 <sup>AB</sup> <sub>ab</sub>	0,12 <sup>B</sup> <sub>a</sub>	0,28 <sup>BC</sup> <sub>ab</sub>	0,51 <sup>C</sup> <sub>b</sub>	1,23 <sup>C</sup> <sub>c</sub>	3,23 <sup>E</sup> <sub>d</sub>	4,04 <sup>D</sup> <sub>e</sub>
		D	0,10 <sup>A</sup> <sub>a</sub>	0,10 <sup>AB</sup> <sub>ab</sub>	0,11 <sup>B</sup> <sub>a</sub>	0,21 <sup>BC</sup> <sub>ab</sub>	0,30 <sup>C</sup> <sub>b</sub>	0,27 <sup>C</sup> <sub>c</sub>	0,35 <sup>E</sup> <sub>d</sub>	0,30 <sup>D</sup> <sub>e</sub>
AH Plus	Hi	M	0,04 <sup>A</sup> <sub>a</sub>	0,07 <sup>AB</sup> <sub>b</sub>	0,08 <sup>B</sup> <sub>b</sub>	0,12 <sup>B</sup> <sub>c</sub>	0,15 <sup>BC</sup> <sub>d</sub>	0,19 <sup>B</sup> <sub>e</sub>	0,22 <sup>B</sup> <sub>f</sub>	0,22 <sup>B</sup> <sub>g</sub>
		D	0,07 <sup>A</sup> <sub>a</sub>	0,07 <sup>AB</sup> <sub>b</sub>	0,07 <sup>B</sup> <sub>b</sub>	0,08 <sup>B</sup> <sub>c</sub>	0,08 <sup>B</sup> <sub>d</sub>	0,07 <sup>B</sup> <sub>e</sub>	0,06 <sup>B</sup> <sub>f</sub>	0,09 <sup>B</sup> <sub>g</sub>
	De	M	0,04 <sup>A</sup> <sub>a</sub>	0,06 <sup>AB</sup> <sub>b</sub>	0,08 <sup>B</sup> <sub>b</sub>	0,09 <sup>B</sup> <sub>c</sub>	0,14 <sup>B</sup> <sub>d</sub>	0,18 <sup>B</sup> <sub>e</sub>	0,19 <sup>B</sup> <sub>f</sub>	0,23 <sup>B</sup> <sub>g</sub>
		D	0,07 <sup>A</sup> <sub>a</sub>	0,07 <sup>AB</sup> <sub>b</sub>	0,08 <sup>B</sup> <sub>b</sub>	0,07 <sup>B</sup> <sub>c</sub>	0,07 <sup>B</sup> <sub>d</sub>	0,07 <sup>B</sup> <sub>e</sub>	0,07 <sup>B</sup> <sub>f</sub>	0,08 <sup>B</sup> <sub>g</sub>
Epiphany	Hi	M	0,64 <sup>C</sup> <sub>a</sub>	1,79 <sup>C</sup> <sub>d</sub>	1,96 <sup>B</sup> <sub>d</sub>	1,61 <sup>D</sup> <sub>bcd</sub>	1,93 <sup>E</sup> <sub>cd</sub>	1,14 <sup>C</sup> <sub>ab</sub>	1,56 <sup>C</sup> <sub>bcd</sub>	1,43 <sup>C</sup> <sub>bc</sub>
		D	0,24 <sup>A</sup> <sub>a</sub>	0,27 <sup>A</sup> <sub>c</sub>	0,13 <sup>C</sup> <sub>ab</sub>	0,18 <sup>A</sup> <sub>bc</sub>	0,13 <sup>A</sup> <sub>c</sub>	0,47 <sup>A</sup> <sub>ab</sub>	0,36 <sup>A</sup> <sub>a</sub>	0,42 <sup>A</sup> <sub>a</sub>
	De	M	0,01 <sup>A</sup> <sub>c</sub>	-0,04 <sup>A</sup> <sub>c</sub>	-0,82 <sup>C</sup> <sub>ab</sub>	-0,49 <sup>A</sup> <sub>bc</sub>	-0,30 <sup>A</sup> <sub>c</sub>	-0,85 <sup>A</sup> <sub>ab</sub>	-1,16 <sup>A</sup> <sub>a</sub>	-1,07 <sup>A</sup> <sub>a</sub>
		D	0,06 <sup>B</sup> <sub>a</sub>	0,23 <sup>B</sup> <sub>a</sub>	0,46 <sup>C</sup> <sub>b</sub>	0,50 <sup>C</sup> <sub>b</sub>	0,46 <sup>D</sup> <sub>c</sub>	0,68 <sup>CD</sup> <sub>d</sub>	0,79 <sup>D</sup> <sub>f</sub>	0,81 <sup>B</sup> <sub>b</sub>
Polifil	Hi	M	0,33 <sup>B</sup> <sub>a</sub>	0,25 <sup>B</sup> <sub>a</sub>	0,55 <sup>C</sup> <sub>b</sub>	0,55 <sup>C</sup> <sub>b</sub>	1,05 <sup>D</sup> <sub>c</sub>	1,63 <sup>CD</sup> <sub>d</sub>	2,31 <sup>D</sup> <sub>f</sub>	0,55 <sup>B</sup> <sub>b</sub>
		D	0,07 <sup>A</sup> <sub>a</sub>	0,06 <sup>AB</sup> <sub>a</sub>	0,11 <sup>D</sup> <sub>a</sub>	0,11 <sup>B</sup> <sub>a</sub>	0,17 <sup>B</sup> <sub>a</sub>	0,24 <sup>B</sup> <sub>ab</sub>	0,36 <sup>B</sup> <sub>b</sub>	0,11 <sup>B</sup> <sub>a</sub>
	De	M	0,03 <sup>A</sup> <sub>a</sub>	0,06 <sup>AB</sup> <sub>a</sub>	0,05 <sup>D</sup> <sub>a</sub>	0,02 <sup>B</sup> <sub>a</sub>	0,12 <sup>B</sup> <sub>a</sub>	0,20 <sup>B</sup> <sub>ab</sub>	0,39 <sup>B</sup> <sub>b</sub>	0,02 <sup>B</sup> <sub>a</sub>
		D	0,03 <sup>A</sup> <sub>a</sub>	0,06 <sup>AB</sup> <sub>a</sub>	0,07 <sup>D</sup> <sub>a</sub>	0,10 <sup>B</sup> <sub>a</sub>	0,14 <sup>B</sup> <sub>a</sub>	0,18 <sup>B</sup> <sub>ab</sub>	0,21 <sup>B</sup> <sub>b</sub>	0,23 <sup>B</sup> <sub>a</sub>

Hi – hidratada; De – desidratada; M – média; D – desvio padrão; d - dias

Exceto para o cimento AH Plus, em que houve equivalência entre os resultados das amostras hidratadas e desidratadas, todas as análises de variância apresentaram interação significativa ( $p < 0,001$ ).

As medidas de massa de todas as amostras, ao longo dos períodos experimentais, estão apresentadas no Anexo 1.

Construíram-se, também, intervalos de confiança de 95% para as médias populacionais. Quanto menor a sobreposição desses intervalos, maior a evidência de diferença significativa entre as médias.

Nas Figuras 5 e 6 estão representadas graficamente as médias amostrais e intervalos de confiança de 95% para as médias populacionais (barras verticais). Esses intervalos dão a precisão sobre cada média individualmente e foi mantido no nível proposto na metodologia.

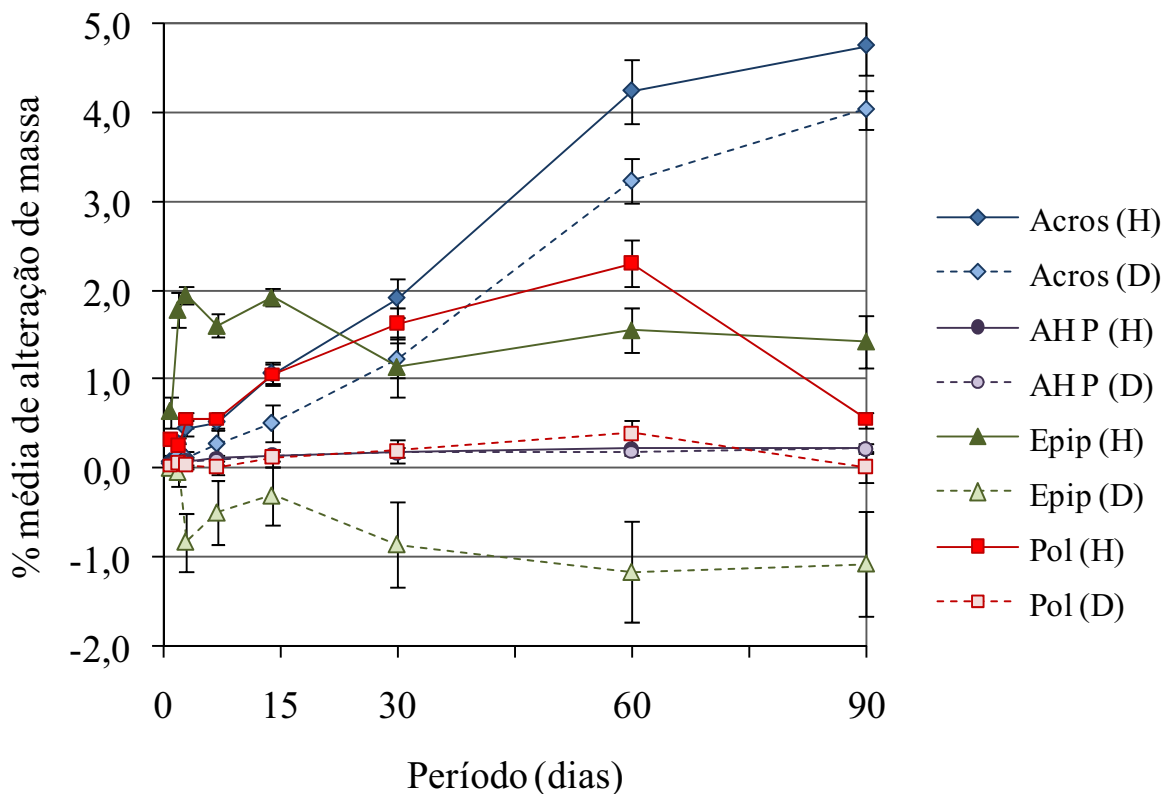


FIGURA 5 - MÉDIAS AMOSTRAIS E INTERVALOS DE CONFIANÇA DE 95% PARA AS MÉDIAS POPULACIONAIS (BARRAS VERTICAIS) DE PORCENTAGEM DE VARIAÇÃO DE MASSA.

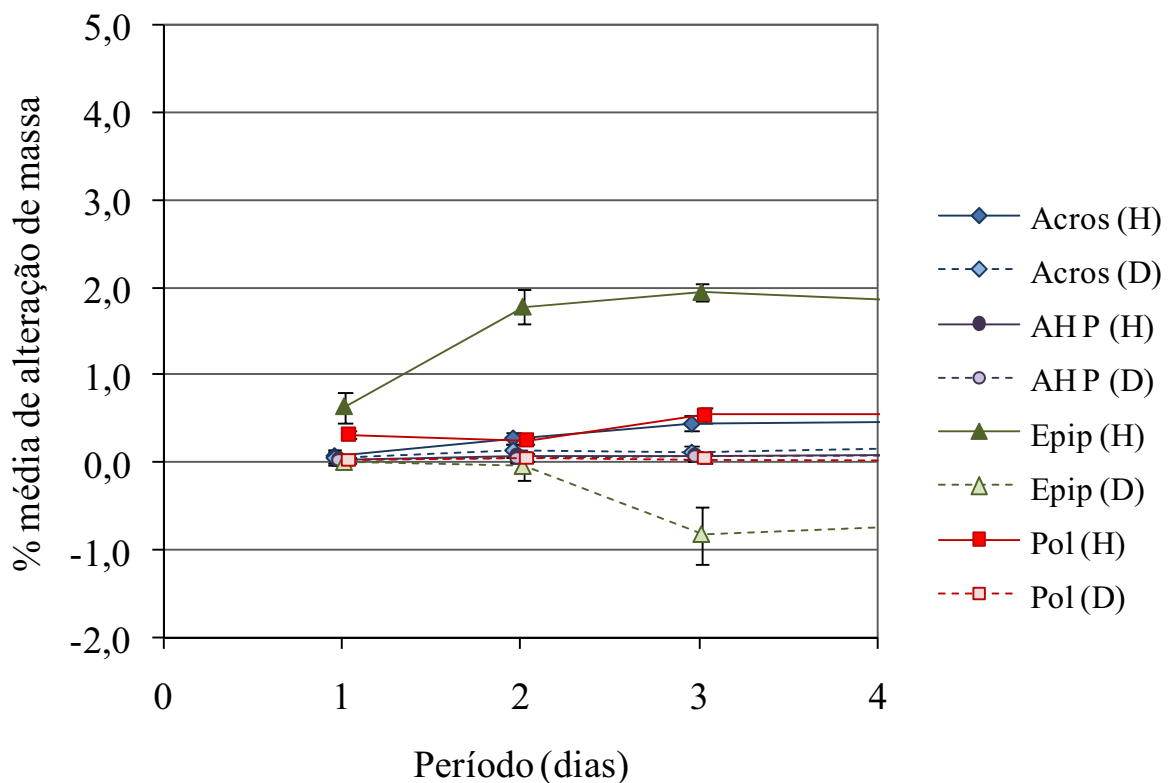


FIGURA 6 - MÉDIAS AMOSTRAIS E INTERVALOS DE CONFIANÇA DE 95% PARA AS MÉDIAS POPULACIONAIS (BARRAS VERTICAIS) DE PERCENTAGEM DE VARIAÇÃO DE MASSA NOS PERÍODOS INICIAIS.

Em relação à massa inicial, os cimentos endodônticos Acroseal, AH Plus, Epiphany e Polifil apresentaram ganho de massa, estando as amostras hidratadas ou desidratadas. Ao longo dos períodos experimentais, Epiphany mostrou ora ganho, ora perda de massa, quando das amostras hidratadas. Quando desidratado, esse material mostrou perda de massa com relação à massa inicial (representada, na Tabela 3, pelos valores negativos).

AH Plus foi o único material que apresentou equivalência entre massa hidratada e desidratada, em um mesmo período. Acroseal, Epiphany e Polifil apresentaram valores de massa hidratada superiores aos valores de massa desidratada, em um mesmo período. Epiphany apresentou os maiores valores de ganho de massa, seguido de Acroseal, Polifil e AH Plus. Além disso, Epiphany foi o único material a apresentar sinais visuais de desintegração.

## 5.2 Alteração dimensional

A avaliação de cada cimento, quanto à alteração dimensional em relação aos diversos períodos de estudo, foi feita por uma análise de variância. Essa análise foi complementada por comparações múltiplas entre médias pelo teste de Tukey. Empregou-se o nível de significância de 5% para a tomada de decisões.

Todos os grupos tiveram inicialmente média do comprimento das amostras entre 12,02 mm e 12,03 mm com desvio padrão de aproximadamente 0,02 mm, portanto, com muita precisão.

Foram analisadas as percentagens de alteração dimensional em relação ao valor inicial (diferença entre a medida no período e a inicial dividida pela inicial, multiplicada por 100). As médias e desvios padrão dessas percentagens são dados na Tabela 4. Todas as médias são positivas, indicando expansão em relação à dimensão inicial, porém, quando uma média é menor do que uma anterior, significa que nesse período houve contração, em relação ao período anterior, e não ao período inicial.

Tabela 4 - Médias e desvios padrão (DP) de porcentagem de alteração dimensional em relação ao inicial (médias acompanhadas de letras minúsculas iguais em uma mesma linha ou maiúsculas iguais em uma coluna não são significativamente diferentes pelo teste de Tukey ao nível de 5%)

Cimento	Estatística	Período (dias)							
		1	2	3	7	14	30	60	90
Acroseal	Média	0,96	1,41	1,75	2,32	2,71	3,53	4,11	4,79
		Aa	Aab	Ab	Ac	Ac	Bd	BCe	Cf
	DP	0,18	0,12	0,17	0,29	0,31	0,36	0,49	0,50
AH Plus	Média	0,49	0,55	0,58	0,71	0,63	0,61	0,38	0,33
		Aa	Aa	Aa	Aa	Aa	Aa	Aa	Aa
	DP	0,42	0,40	0,37	0,47	0,28	0,29	0,28	0,29
Epiphany	Média	4,14	4,82	5,32	5,89	6,10	5,65	5,89	5,60
		Ba	Bb	Bbc	Bd	Bd	Ccd	Cd	Ccd
	DP	0,90	0,64	0,63	0,53	0,56	0,66	0,70	0,64
Polifil	Média	0,86	1,54	1,20	1,36	1,19	2,25	2,65	2,51
		Aa	Ab	Aab	Aab	Aab	ABc	Bc	Bc
	DP	0,54	0,46	0,58	0,58	0,64	0,62	0,66	0,73

As medidas das dimensões de todas as amostras, ao longo dos períodos experimentais, estão apresentadas no Anexo 2.

A comparação entre os cimentos, relativamente às médias de alteração dimensional, foi realizada pela observação de intervalos de confiança de 95% para as médias populacionais. Quanto menor a sobreposição desses intervalos, maior a evidência de diferença significativa entre as médias.

As Figuras 7 e 8 apresentam as médias amostrais e intervalos de confiança de 95% para as médias populacionais (barras verticais) de percentagem de alteração dimensional.

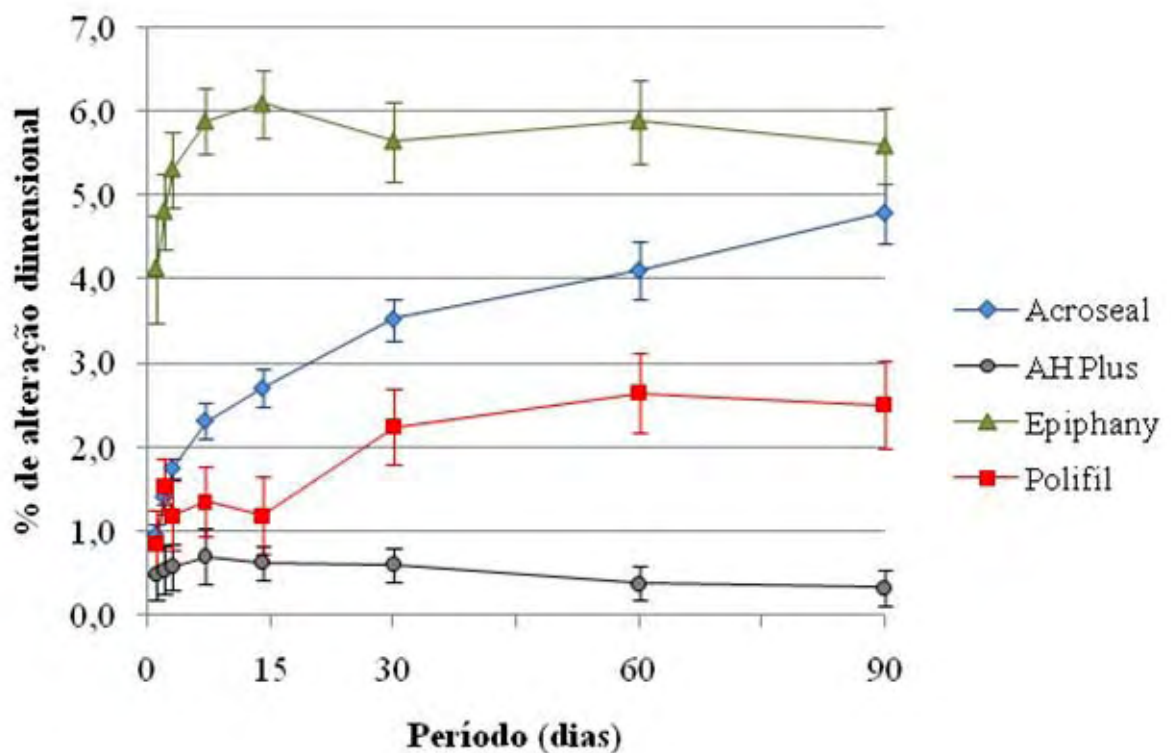


FIGURA 7 - MÉDIAS AMOSTRAIS E INTERVALOS DE CONFIANÇA DE 95% PARA AS MÉDIAS POPULACIONAIS (BARRAS VERTICAIS) DE PERCENTAGEM DE ALTERAÇÃO DIMENSIONAL.

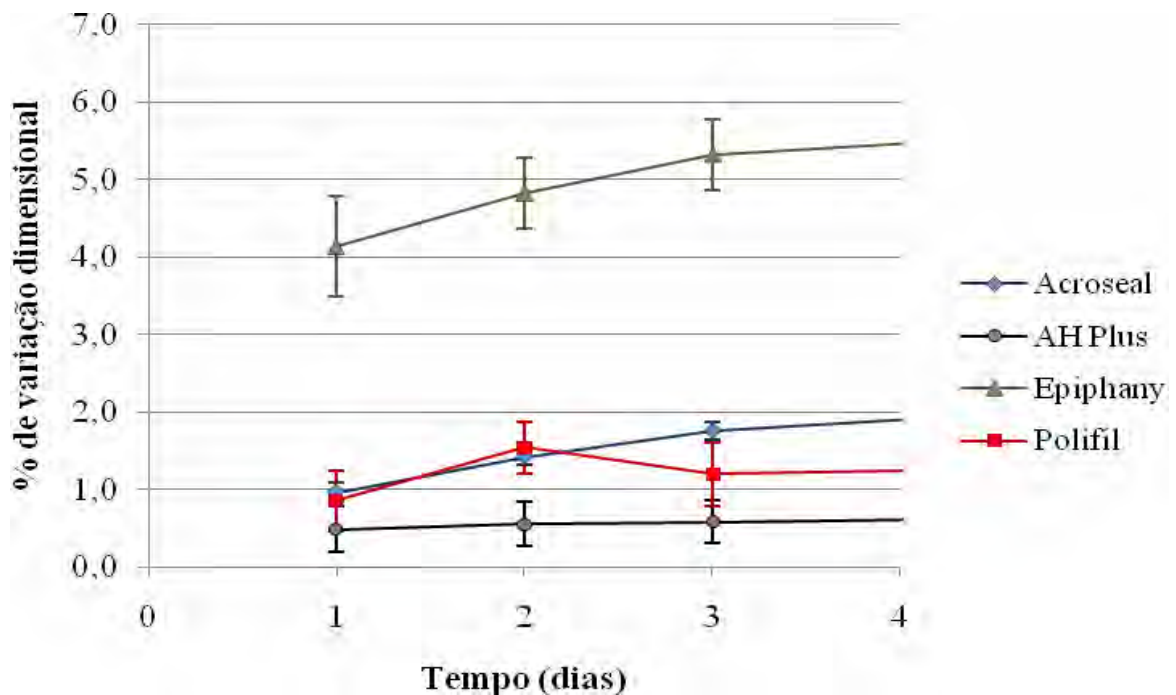


FIGURA 8 - MÉDIAS AMOSTRAIS E INTERVALOS DE CONFIANÇA DE 95% PARA AS MÉDIAS POPULACIONAIS (BARRAS VERTICAIS) DE PORCENTAGEM DE ALTERAÇÃO DIMENSIONAL.

O cimento AH Plus apresentou as menores médias de percentagem de alteração dimensional em relação ao valor inicial, durante todo o período de experimentação. As médias aumentaram progressivamente de 1 dia a 7 dias, mas só aí mostrou-se significativamente maior que aquela do primeiro dia. Em seguida, as médias de percentagem diminuíram sucessivamente ficando, no final, menor do que a de 1 dia, mas não significativamente.

O cimento Polifil apresentou a segunda menor média de percentagem de alteração dimensional, em relação ao valor inicial nos períodos em estudo. No primeiro e segundo dias, as médias foram equivalentes as do cimento Acroseal, mas, do dia 3 em diante, permaneceram menores, mas maiores do que as médias do AH Plus. Exceto para o dia 2, com média significativamente maior do que do dia 1, as médias de percentagem de alteração permaneceram razoavelmente estáveis até os 7 dias, aumentando significativamente no dia 30. A partir daí, as médias permaneceram equivalentes, indicando não haver, em média, alteração dimensional significativa.

Com o cimento Acroseal, as médias de percentagem de alteração dimensional, em relação ao início, cresceram progressiva e significativamente, desde o período de 1 dia até o período de 90 dias. Ainda que tenham sempre aumentado, nos dois primeiros períodos as médias de percentagem de alteração dimensional relativas a esse material se equivaleram às do Polifil.

O cimento Epiphany teve, no início, a maior média de percentagem de alteração dimensional, aumentando sucessivamente até o período de 7 dias, não se alterando significativamente a partir daí.

### 5.3 Resistência à compressão

A avaliação de cada cimento, quanto à resistência à compressão, em relação aos diversos períodos de estudo, foi feita por uma análise de variância. Foi incorporado o procedimento de Welch para corrigir a heterogeneidade de variâncias das resistências ao longo dos períodos de medição. A análise de variância foi complementada por comparações múltiplas entre médias pelo teste de Tamhane, recomendado neste caso. Empregou-se o nível de significância de 5% na tomada de decisões.

As médias e desvios padrão de resistência à compressão estão apresentadas na Tabela 5.

Tabela 5 - Médias e desvios padrão (DP) de resistência à compressão (médias acompanhadas de letras iguais em uma mesma linha não são significativamente diferentes pelo teste de Tamhane ao nível de 5%)

Cimento	Estatística	Período (dias)					
		0	7	14	30	60	90
Acroseal	Média	51,44 <sup>e</sup>	40,38 <sup>d</sup>	35,37 <sup>c</sup>	8,25 <sup>b</sup>	7,97 <sup>ab</sup>	6,95 <sup>a</sup>
	DP	5,95	2,81	1,67	0,27	0,64	0,29
AH Plus	Média	64,96 <sup>b</sup>	60,50 <sup>b</sup>	48,94 <sup>a</sup>	46,88 <sup>a</sup>	44,36 <sup>a</sup>	43,93 <sup>a</sup>
	DP	4,92	2,17	4,65	4,08	3,23	1,37
Epiphany	Média	41,23 <sup>e</sup>	12,31 <sup>a</sup>	18,80 <sup>c</sup>	21,84 <sup>d</sup>	14,77 <sup>b</sup>	14,00 <sup>b</sup>
	DP	1,77	0,72	0,87	1,68	0,66	0,82
Polifil	Média	1,23 <sup>d</sup>	0,28 <sup>a</sup>	0,34 <sup>b</sup>	0,41 <sup>c</sup>	1,74 <sup>e</sup>	4,85 <sup>f</sup>
	DP	0,04	0,02	0,03	0,03	0,16	0,45

As medidas de resistência de todas as amostras, ao longo dos períodos experimentais estão apresentadas no Anexo 3.

A comparação entre os cimentos (Figura 9), relativamente às médias de resistência à compressão, foi realizada pela observação de intervalos de confiança de 95% para as médias populacionais (barras verticais). Quanto menor a sobreposição desses intervalos, maior a evidência de diferença significativa entre as médias.

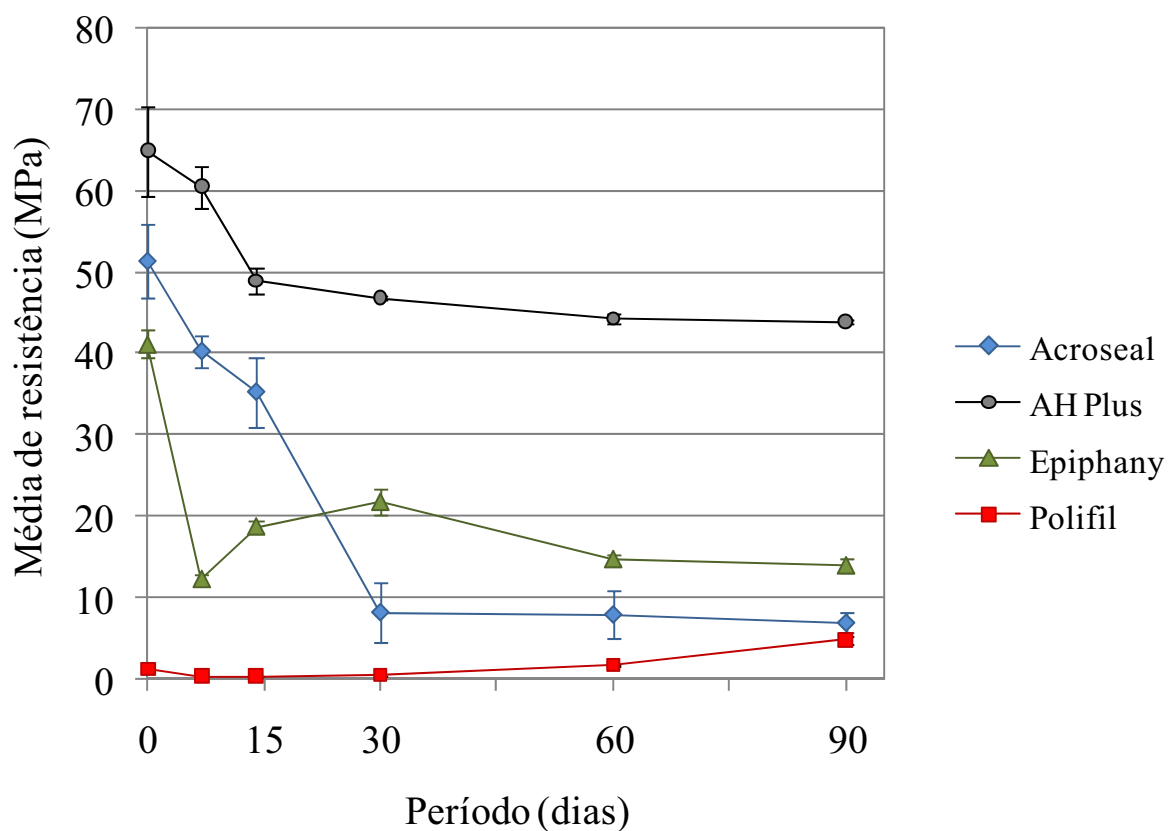


FIGURA 9 - MÉDIAS AMOSTRAIS E INTERVALOS DE CONFIANÇA DE 95% PARA AS MÉDIAS POPULACIONAIS (BARRAS VERTICAIS) DE RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO.

O cimento AH Plus apresentou média de resistência, logo após a presa, maior do que todas as outras. No período seguinte (7 dias), a média diminuiu significativamente, mas ainda se manteve maior do que todas as outras. Depois, com 14 dias, a média de resistência diminui,



sendo equivalente à média inicial do cimento Acroseal, estabilizando-se a seguir até os 90 dias.

O cimento Acroseal iniciou com uma média de resistência alta, a segunda maior, mas depois caiu abruptamente até os 30 dias, quando só não foi menor do que a média de resistência do cimento Polifil. No período de 90 dias, a média de resistência desse cimento pode ser considerada do mesmo nível daquela do cimento Polifil.

O cimento Epiphany teve no início a terceira maior média, caindo bastante no primeiro período (7 dias), mas depois apresentou médias maiores, voltando a cair no período de 60 dias. No período final, a média manteve-se no mesmo patamar da média dos 60 dias.

O cimento Polifil apresentou as menores médias de resistência à compressão, como pôde ser acompanhado pelos resultados da Tabela 5 e da Figura 9. Esse material não apresentou sinais de fratura quando da realização dos testes, mas apenas deformação. Os valores de resistência à compressão foram obtidos quando da deformação máxima dos espécimes.

## 6 Discussão

### 6.1 Da Metodologia

A obtenção da completa impermeabilização do sistema de canais radiculares tem sido o grande sonho da Endodontia atual. Para tal, incessantes estudos têm sido realizados a respeito das propriedades físicas e químicas dos cimentos obturadores de canal radicular, uma vez que solubilidade, desintegração, alteração dimensional e resistência à compressão estão diretamente relacionadas a um canal radicular hermeticamente selado.

Algumas propriedades físicas e químicas dos cimentos obturadores, bem como a metodologia para seu estudo, devem ser orientadas por normas de standardização, como a ADA<sup>2</sup> e ISO<sup>39</sup>. Desde 1983, a American National Standard Institute/American Dental Association (ANSI/ADA)<sup>2</sup>, sob o título de Especificação 57, vem colocando uma série de normas e testes para a avaliação dos materiais obturadores de canal radicular, com a finalidade de promover uma uniformidade dos resultados experimentais. Com o decorrer da execução dos estudos das propriedades físico-químicas dos cimentos endodônticos, essas normas têm sofrido modificações, a fim de facilitar os experimentos e torná-los mais compatíveis com as condições clínicas.

Apesar de ainda haver falhas nas metodologias sugeridas pelas normas, fazendo com que, nos resultados, difiram as condições clínicas das laboratoriais, é importante que sejam seguidas a fim de que haja uma padronização dos estudos, permitindo comparação entre eles. Uma das falhas consiste no fato de que os materiais podem ter algumas de suas características alteradas em função da umidade e do meio<sup>47</sup>, além do que, os testes são realizados com materiais após a presa, e sabe-se que o contato destes com fluidos periapicais ocorre antes da tomada de presa<sup>64</sup>. Além disso, a quantidade de água utilizada para o armazenamento é muito

maior do que aquela possivelmente presente no canal radicular. Assim sendo, o efeito osmótico seria a questão mais relevante<sup>64</sup>. Esses fatores devem ser considerados.

Os cimentos endodônticos desse estudo foram manipulados de acordo com as instruções dos fabricantes, simulando o que ocorre na prática clínica. Porém, a ponta misturadora presente na bisnaga do cimento endodôntico Epiphany não foi utilizada, uma vez que, apesar da proposta do fabricante, observou-se que o dispositivo de mistura não promove a perfeita homogeneização das duas pastas.

A armazenagem dos materiais em estufa até a tomada de presa ocorreu, para o cimento endodôntico Epiphany, de maneira diferente à dos outros materiais. Os conjuntos contendo Epiphany necessitaram estar em contato indireto com água, em recipiente fechado, para que esse material pudesse tomar presa. Esse procedimento foi realizado porque, em estudo piloto, verificou-se uma grande dificuldade do Epiphany em tomar presa, impossibilitando a realização do estudo para este material. Assim, o armazenamento desse cimento endodôntico, nas condições acima relatadas, possibilitou a tomada de presa do Epiphany, viabilizando a realização do estudo. Ørstavik et al.<sup>58</sup> (2001), em seu estudo, verificou interface amolecida nas amostras do Epiphany. Versiani et al.<sup>76</sup> (2006) observou que uma fina camada do Epiphany não tomou presa. Em seu estudo, os espécimes foram observados até depois do tempo de presa necessário, conforme o fabricante. Mais tarde, os espécimes foram expostos à fonte de luz, então uma nova amostra foi feita e armazenada por 5 vezes o tempo de presa, e a camada que não tomou presa permaneceu. A causa da pronunciada inibição da polimerização mostrada pelo Epiphany pode ser atribuída à presença de oxigênio. Oxigênio é conhecido como inibidor da polimerização de vinil em resinas para restauração<sup>29</sup>. Compósitos não polimerizam completamente, e 40-60% das ligações de carbono remanescentes são insaturadas<sup>28</sup>. Oxigênio pode resultar em uma fina película de polímero com queda do grau de polimerização. Em condições clínicas, isso pode ocorrer particularmente na dentina, em que o

oxigênio tem acesso ao cimento pela superfície livre e pela estrutura permeável<sup>65</sup>. Essa redução da polimerização poderia comprometer o sucesso clínico. Em nosso estudo, a presença de vapor d'água diminui a concentração de oxigênio, aumentando a polimerização do Epiphany. Outro fator a ser considerado é que o Epiphany, sendo um material de presa dual, poderia conciliar os benefícios da ativação química e da fotoativação e alcançar alto grau de conversão dos monômeros na presença ou ausência de luz<sup>9</sup>. Porém, parece que o grau de conversão de alguns cimentos de cura dual são extremamente dependentes da fotoativação e, quando na deficiência desta, a insuficiente polimerização obtida pela ativação química do sistema refletiria em polimerização incompleta. Na prática clínica, esse comportamento é indesejável<sup>79</sup>.

Nem mesmo a última geração desses cimentos conseguiu superar tais inconvenientes. Assim, acredita-se que o cimento Epiphany necessitaria de fotoativação em toda sua extensão para obter o máximo de conversão de monômeros<sup>1</sup>.

### **6.1.1 Solubilidade e desintegração**

Os testes de solubilidade e desintegração são imprescindíveis para avaliar a integridade do material obturador e, conseqüentemente, da obturação do canal radicular.

Segundo a norma ISO<sup>39</sup> (2001), um cimento obturador de canal radicular não pode exceder 3% de sua massa original, não devendo também, mostrar evidências de desintegração quando examinados visualmente. Os testes de solubilidade e desintegração aqui realizados seguiram a norma ISO<sup>39</sup> (2001), porém, com algumas modificações. O material do molde deve ser o teflon ou outro que seja compatível com o cimento obturador utilizado, com 1,5mm de espessura e 20mm de diâmetro interno.

Para o teste de solubilidade e desintegração neste estudo, foram utilizados corpos-de-prova, com 12mm de diâmetro e 4mm de espessura, confeccionados a partir de moldes de teflon, seguindo a metodologia sugerida por Bortoluzzi<sup>6</sup> (2007) e por Bozeman et al.<sup>7</sup> (2006), com a intenção de aumentar a espessura do corpo-de-prova, diminuir o volume de material (apesar do aumento da espessura) e aumentar sua retenção dentro do molde, uma vez que os espécimes não foram retirados deste. A não retirada dos espécimes dos moldes, assim como o aumento da espessura, eliminou a possibilidade de fratura. Segundo Anusavice<sup>3</sup> (1998), a dimensão das amostras para o teste de solubilidade favorece a quebra delas quando removidas dos moldes, principalmente em cimentos com pouca força coesiva.

A amostra no molde também diminuiu a área de contato daqueles com a água, e sabe-se que a quantidade de solubilidade está diretamente relacionada à área de contato entre material e líquido circundante. Porém, como a quantificação da solubilidade foi realizada em função da diferença de massa antes e após o período de imersão, a área de contato passou a ser irrelevante, desde que padronizada para todas as amostras.

O tempo de avaliação sugerido pela norma é de 28 dias, porém muitos trabalhos realizaram o teste por períodos variados, como os de Carvalho-Júnior et al.<sup>17</sup> (2003); Danesh et al.<sup>23</sup> (2006); Kaplan et al.<sup>43</sup> (1993); McMichen et al.<sup>52</sup> (2003); Ono, Matsumoto<sup>56</sup> (1998); Schäfer, Zandbiglari<sup>67</sup> (2003); Sousa-Neto et al.<sup>70</sup> (1999) e Torabinejad et al.<sup>74</sup> (1995). Nesse estudo foram utilizados períodos experimentais além do recomendado: imediatamente após confecção e presa dos materiais, de 24, 48 e 72 horas, 7, 14, 30, 60 e 90 dias, permitindo observar o comportamento dos materiais ao longo do tempo.

A mensuração de massa dos espécimes antes e após a colocação destes em dessecador fornece a massa de água absorvida pelo cimento endodôntico, permitindo avaliar a capacidade absorvente desses materiais<sup>6</sup>. Além disso, após a colocação em dessecador, é possível

armazenar em meio líquido pelo período experimental subsequente, partindo de uma amostra “livre” de água.

Uma outra metodologia empregada para avaliar a solubilidade é utilizada pesando-se a água após a remoção da amostra. A ISO<sup>39</sup> (2001) sugere que o aumento de peso do disco em que são colocados os espécimes poderia mostrar a quantidade de material removido da amostra. Porém, se algum componente do material sofrer volatilização, como em materiais que contêm eugenol, por exemplo, a massa do líquido não será real. Além disso, há o processo de desintegração, que não pode ser separado nos testes. Portanto, essa metodologia é falha. Segundo Wilson<sup>81</sup> (1976), a melhor indicação da extensão da solubilidade pode ser obtida pesando os espécimes antes e após o teste (Wilson<sup>81</sup>, 1976). Shäfer, Zandbiglari<sup>67</sup> (2003) afirma que a utilização de uma mesma amostra em diferentes períodos experimentais é problemática, uma vez que a simples secagem para mensuração de massa acarreta a perda de material. Em seu estudo, foram utilizadas amostras diferentes para cada período experimental. Porém, em doze períodos experimentais avaliados, foi necessária a utilização de nada mais que 5379 amostras. Isto torna os estudos praticamente inviáveis.

McMichen et al.<sup>52</sup> (2003) avaliou a solubilidade de alguns cimentos endodônticos a partir de amostras confeccionadas com moldes de metal de 5mm de diâmetro e 3mm de espessura, por 12 semanas. Versiani et al.<sup>76</sup> (2006) avaliaram a solubilidade e desintegração de corpos-de-prova dos cimentos AH Plus e Epiphany a partir de moldes metálicos, por um período de 7 dias. Já Torabinejad et al.<sup>74</sup> (1995) avaliaram os cimentos alvo de seu estudo por 21 dias. Outros autores seguiram estritamente o tempo estipulado pela norma ISO<sup>39</sup>, bem como a confecção dos moldes, como Danesh et al.<sup>23</sup> (2006) na avaliação do ProRoot MTA e cimento de Portland, e Sousa-Neto et al.<sup>70</sup> (1999) na avaliação da solubilidade e desintegração de diferentes tipos de Cimento de Grossman.

Segundo Kaplan et al.<sup>43</sup> (1997), há uma diferença na metodologia utilizada na análise, tanto qualitativa quanto quantitativa. Essa diferença se dá no momento em que se coloca o cimento dentro da solução, para ficar estocado e sofrer solubilização. Há uma diferença de resultados quando o material é colocado na solução, assim que se tem o tempo de presa colocado pelo fabricante (análise qualitativa), e quando se espera um tempo maior para que a presa do cimento ocorra totalmente (análise quantitativa). Ono, Matsumoto<sup>56</sup> (1998) afirmam que a metodologia recomendada pela ISO<sup>39</sup> (2001) para o teste de solubilidade e desintegração deve ser seguida, uma vez que sua realização é simples e requer pouco tempo de avaliação. Porém, como já mencionado, a avaliação dos materiais após a sua presa, como recomenda a ISO<sup>39</sup> (2001), possui limitações, uma vez que esse fato difere das condições clínicas.

Os valores de solubilidade são obtidos pela percentagem de perda de massa, a partir da massa inicial<sup>52,67,70</sup>.

### **6.1.2 Alteração dimensional**

Os testes de alteração dimensional são realizados a fim de se observar a presença de contração ou expansão dos cimentos obturadores, fato que interfere no selamento hermético da obturação dos canais radiculares. Segundo a norma ISO<sup>39</sup> (2001), a média da alteração dimensional de um cimento endodôntico em todo comprimento não deve exceder 1% em contração ou 0,1% em expansão. Recomenda-se a confecção de moldes metálicos ou outro material compatível com o cimento obturador, com dimensões de 6mm de diâmetro e 12mm de altura; avaliação após 30 dias. Nosso estudo sobre a alteração dimensional de 4 cimentos obturadores foi baseado na norma ISO<sup>39</sup> (2001), com a utilização de moldes de teflon, porém, foram utilizados períodos experimentais além do recomendado: imediatamente após a

remoção dos materiais do interior dos moldes, 24, 48 e 72 horas, 7, 14, 30, 60 e 90 dias; permitindo, assim, observar o comportamento dos materiais ao longo do tempo. O número de espécimes que foi confeccionado para cada material permitiu uma avaliação mais segura e confiável dos resultados, quando da realização da análise estatística.

Além da metodologia colocada pelas normas ADA<sup>2</sup> (1884) e ISO<sup>39</sup> (2001), muitos pesquisadores valeram-se de outras metodologias na realização de seus trabalhos.

Versiani et al.<sup>76</sup> (2006) basearam-se na norma ISO<sup>39</sup> (2001) para a realização do teste de alteração dimensional, confeccionando 5 espécimes com 12mm x 6mm, deixando em estufa e medindo-se as dimensões após 30 dias. Ørstavik et al.<sup>58</sup> (2001), em seu trabalho, avaliaram a alteração dimensional de cimentos obturadores de canais radiculares durante 48 semanas; a medida das dimensões foi realizada por meio de um transdutor de deslocamento com capacidade menor que a recomendada pela Especificação, que é a medida com precisão de 1µm. Em nosso estudo, a medida da alteração dimensional foi realizada por meio de paquímetro digital, com precisão de 0,01mm, que também fornece valores precisos. Kazemi et al.<sup>44</sup> (1993) realizou seu estudo sobre a alteração dimensional de cimentos obturadores utilizando pipetas de vidro, onde colocava os materiais e cobria-os com água, e por meio de uma régua, media a altura do menisco de água. Esse estudo foi realizado ao longo de 180 dias, e os autores obtinham os valores da alteração dimensional relacionando o diâmetro da pipeta com a alteração do menisco de água. De acordo com Bandyopadhyay<sup>4</sup> (1982), essa metodologia possibilita condições experimentais que eliminam variações ambientais, além do que a quantidade de cimento, bem como sua aplicação, simula as condições clínicas.

Os valores de alteração dimensional percentual são obtidos por meio da fórmula: AD (%) =  $\frac{C30 - C/C}{C/C} \times 100$ , em que AD(%) é o valor da alteração dimensional, em porcentagem;



C30 é o comprimento da amostra após 30 dias; e C é o comprimento inicial da amostra<sup>17,27,76</sup>. Atualmente, muitos materiais obturadores de canais radiculares estão fora das exigências da norma ISO<sup>39</sup> (2001) não sendo submetidos à standardização<sup>19</sup>.

### 6.1.3 Resistência à compressão

A resistência à compressão é a tensão máxima que pode suportar um material antes da fratura. Determina-se dividindo a carga máxima à compressão pela área da secção transversal original dos corpos-de-prova<sup>55</sup>. Os testes de resistência à compressão foram realizados a fim de verificar a capacidade dos materiais em se manterem íntegros, proporcionando adequado selamento dos canais radiculares. A avaliação da resistência à compressão foi baseada na norma ISO 9917-1<sup>40</sup>, de 2003, porém, com algumas modificações. A norma recomenda a utilização de corpos-de-prova de 4mm de diâmetro e 6mm de altura. Entretanto, para testes cilíndricos devem-se usar valores de altura duas vezes maiores que a largura<sup>13</sup>. Assim, forças desenvolvidas uni-axialmente nos espécimes são liberadas no centro deles, reduzindo o risco de empenamento<sup>54</sup>. Além disso, esse tamanho de molde também pode ser usado para outras pesquisas<sup>38</sup>, mas nenhuma razão para a alteração nas dimensões dos moldes foi citada pela standardização. Em adição, a confecção, a partir desses moldes também eliminou o problema de falta de aplainamento nas faces, fator importante uma vez que, quando o espécime cilíndrico contém alguma irregularidade na superfície, tem-se um contato prematuro, resultando em leitura anormal e resultados falsos.

Em nosso estudo foram confeccionados espécimes a partir de moldes de teflon, com 12mm de altura e 6mm de espessura.

A resistência à compressão é um indicador da durabilidade do cimento e da potencial longevidade<sup>20</sup>. Assim, testes de resistência à compressão por períodos mais prolongados são

importantes. Em nosso estudo, o armazenamento deu-se em períodos além dos recomendados pela norma: imediatamente após a remoção dos espécimes dos moldes, 7, 14, 30 e 90 dias, permitindo, assim, observar o comportamento dos materiais ao longo do tempo. Islam et al.<sup>38</sup> (2006) afirma que períodos prolongados de observação dos materiais são importantes porque o aumento da resistência com o tempo indica que, quando são empregados clinicamente e deixados em contato com fluidos periapicais, os materiais provavelmente continuarão a presa, ganharão resistência e estabilidade.

O teste de resistência à compressão é destrutivo, ou seja, após os testes, há a perda do espécime, necessitando nova confecção para posterior ensaio mecânico. Esse fato mostra a necessidade da confecção de um número significativo de corpos-de-prova, dificultando, até mesmo por razões econômicas, a realização dos testes em um número ainda maior de períodos experimentais.

Torabinejad et al.<sup>74</sup> (1995) avaliou a resistência à compressão de corpos-de-prova de 12mm de altura e 6mm de diâmetro, confeccionados a partir de moldes de teflon, após 3 semanas de armazenamento em água destilada. A resistência à compressão foi realizada por meio de máquina de ensaios mecânicos, e os valores de compressão máxima necessária para fratura das amostras foram calculados utilizando-se a fórmula:  $C = 4P/\pi D^2$ , em que C é a resistência à compressão, P é a carga máxima aplicada em Newtons e D é a média do diâmetro dos espécimes, em mm. Em nosso estudo, não foi necessária a realização dos cálculos acima descritos, uma vez que a máquina de ensaios mecânicos é acoplada a um computador com Software Test Star II, que forneceu os resultados.

A metodologia seguida no estudo de Islam et al.<sup>38</sup> (2006) para a avaliação da resistência à compressão foi a metodologia colocada pela norma BSI<sup>12</sup> (1981). A confecção de corpos-de-prova, com 12mm de altura e 6mm de diâmetro, foi realizada a partir de moldes

metálicos; o tempo de armazenamento dos materiais em água destilada foi de 28 dias e uma máquina de ensaios mecânicos realizou os testes.

## 6.2 Dos resultados

### 6.2.1 Solubilidade e desintegração

Solubilidade e desintegração, apesar de serem propriedades distintas, são analisadas simultaneamente em um mesmo teste. Solubilidade é a capacidade de uma substância se dissolver em outra, expressa como a concentração de solução saturada formada. Desintegração é a ação ou efeito de separação integral. A desintegração é resultado da incompleta polimerização e da influência de fluidos orais, especialmente a água<sup>59</sup>. Quando a solubilidade é testada, as partículas não ficam em suspensão (o solvente remanescente é limpo); considerando o teste de desintegração, há a liberação de partículas das amostras que permanecem em suspensão (o solvente torna-se turvo)<sup>17</sup>.

Se pensarmos na definição estrita da palavra solubilidade, o teste realizado definiu a quantidade de material solúvel em água, e não a solubilidade. Solubilidade de um sólido é a situação em que um composto está em equilíbrio termodinâmico com a solução<sup>81</sup>. Além disso, as diferenças nas medidas de massa também são dadas pela desintegração, processo que não faz parte da dissolução, mas elas não podem ser separadas nos testes. Assim sendo, o que ocorre com os materiais também pode ser chamado de degradação, deterioração, ou seja, dissipação de substâncias.

No caso de materiais resinosos, a degradação polimérica é um dos fatores responsáveis pela diminuição da massa. A água desencadeia o processo de degradação, deixando oligômeros e monômeros. A continuação do processo é a criação de poros na matriz, e os oligômeros e monômeros são liberados.

Todos os polímeros degradam-se, o que faz a diferença é o tempo e o grau de degradação, que é dependente do peso molecular e tipo de polímero. Polímeros hidrofílicos tendem a aumentar a quantidade de água absorvida e a quantidade de degradação<sup>34</sup>.

A degradação pode ocorrer na superfície e na matriz. Quando ocorre na superfície, há mudança na forma geométrica do material<sup>46</sup>.

Além do processo de degradação, a hidrólise é um fenômeno que ocorre com esses materiais, assim que colocados em água. Hidrólise é uma reação bimolecular entre a água e um grupo funcional; é uma reação instável. A velocidade da hidrólise é dependente da concentração de material e água<sup>34</sup>. Segundo Geurtzen<sup>33</sup> (1998), a água é um importante fator na degradação química de compósitos, resultando em reações hidrolíticas e expansão do material. A água toma um lugar na matriz, e a difusão decresce com a quantidade de água nessa matriz<sup>8</sup>.

Os materiais Acroseal, AH Plus, Epiphany e Polifil apresentaram ganho de massa ao longo do tempo, mostrando absorção de água e hidrólise.

Acroseal apresentou ganho de massa, tanto para as amostras hidratadas, quanto para as desidratadas. Porém, até o período de 7 dias, a diferença de massa nos dois tipos de hidratação não foi significativa, mostrando que a água consumida foi quase que totalmente utilizada no processo de hidrólise. Após esse período, a água absorvida passou a ser quase toda liberada, uma vez que, a partir de então, pudemos observar diferença significativa entre massa hidratada e desidratada. Isso pode ter ocorrido pela saturação de água na matriz, ou seja, o processo de hidrólise pode ter chegado ao seu ponto máximo.

O cimento endodôntico AH Plus também apresentou ganho de massa ao longo do tempo, tanto para as amostras hidratadas quanto para as desidratadas. Porém, esse ganho de massa foi menor para esse material do que para todos os outros, mostrando pouca absorção de água. Além disso, não houve diferença significativa entre massa hidratada e desidratada, ao

longo dos períodos experimentais. Assim, presume-se que praticamente toda água absorvida foi consumida por hidrólise. O comportamento do AH Plus contradisse os resultados encontrados por McMichen et al.<sup>52</sup> (2003) em seu estudo, no qual a taxa de dissolução do AH Plus foi maior que a habilidade em absorver fluido. Porém, o próprio autor assumiu ter havido um comportamento inesperado com esse material. Já o estudo realizado por Carvalho-Júnior et al.<sup>18</sup> (2007) mostrou aumento de massa de 0,06% para o AH Plus, após 24 horas, o que está de acordo com nosso estudo. Segundo esse autor, as características desse cimento forte pode ser atribuída à matriz resinosa, que é mais resistente à solubilidade. Enfim, a pouca solubilidade do AH Plus não pode ser explicada por causa da falta de conhecimento das características químicas desse material<sup>67</sup>.

Donnelly et al.<sup>25</sup> (2007) mostrou, em seu estudo, que no caso do AH Plus, o ganho lento de massa, com o tempo foi quase todo pelo ganho de água, porque quando os espécimes foram secos, eles não mostraram perda de material seco. Ou seja, o peso seco final não foi menor que o original. Observou, também, que esse material não exibiu nenhuma solubilidade após 8 dias.

Em nosso estudo, o material que mais ganhou massa foi o Epiphany. Isto pode ser explicado pela grande absorção de água, por causa da presença de metacrilatos hidrofílicos. Materiais polimerizados pela mistura de monômeros hidrofílicos mostram maior absorção de água<sup>60</sup>. Absorção de água significativa foi observada em 48 horas de armazenamento. Essa água foi, em parte, consumida na reação de hidrólise, mas boa parte não foi consumida na reação. Esse fato pôde ser observado pela diferença significativa entre massa hidratada e desidratada, em todos os períodos experimentais. Além do processo de absorção de água, causando aumento da massa, pudemos observar perda de massa pela solubilidade e, principalmente, pela desintegração, que foi observada pela presença de partículas soltas no meio líquido. A desintegração iniciou-se logo nas 48 horas de armazenamento. A absorção de

água, simultaneamente à solubilidade e à desintegração<sup>59</sup>, podem explicar os valores negativos de massa desidratada e a oscilação entre ganho e perda de massa hidratada, nos períodos experimentais.

Como um material resinoso dual, a matriz de Epiphany é uma mistura de Bis-GMA, UDMA, TEGDMA e metacrilatos hidrofílicos. A difusão de água também conduz à erosão do material resinoso, causada pela liberação de monômeros residuais<sup>34</sup>. O TEGDMA, uma molécula pequena, é o maior monômero despreendido. O Bis-GMA pode desprender bisphenol-A, aumentando a degradação<sup>59</sup>.

O Epiphany também é composto de hidróxido de cálcio, sulfato de bário, vidro de bário e sílica. Esses componentes dão um total de 70% em massa<sup>48</sup>. Uma outra possível explicação para o aumento de valor da solubilidade do Epiphany é a erosão das partículas desses compostos extraídos por causa da degradação. Outro aspecto são os componentes do material, que podem afetar a absorção de água, como hidróxido de cálcio<sup>76</sup>.

A partir de 30 dias de armazenamento, o Epiphany passou a mostrar diferenças não significativas entre as percentagens de massa, tanto hidratadas quanto desidratadas, tendendo possivelmente a uma estabilização.

Depois do AH Plus, o material que menos apresentou absorção de água foi o Polifil. Esse material apresentou aumento de massa ao longo dos períodos experimentais e a diferença de percentagem de massa hidratada e desidratada foi significativa, mostrando que parte da água absorvida fez parte da reação de polimerização, outra parte foi liberada quando o espécime foi desidratado. A pequena quantidade de água utilizada na reação de presa pode ser justificada pela presença de polímeros hidrofóbicos nesse material. A água absorvida deve-se, provavelmente, à presença de carbonato de cálcio e óxido de zinco. Além disso, defeitos estruturais do Polifil, como a presença de bolhas, aumentam a absorção de água, e a solubilidade<sup>53</sup>.

A partir de 7 dias de armazenamento, foram observadas diferenças não significativas entre as percentagens de massa desidratada, mostrando que, provavelmente, não houve mais reação entre a água e o material. Aos 90 dias, diferença não significativa foi notada entre a massa hidratada e a desidratada, tendendo à estabilidade.

A absorção de água e um conseqüente aumento da massa ocorreram para todos os materiais, a ponto de mascarar uma solubilidade inerente, uma vez que todos os materiais sofrem solubilização. Relacionando a percentagem de massa com a massa inicial, como preconiza a ISO<sup>39</sup> (2001), todos os cimentos endodônticos avaliados encontram-se dentro da Norma, com exceção do Epiphany, que apresentou desintegração nítida e considerável.

Dada a importância da solubilidade e desintegração na obturação de canais radiculares, outros estudos devem ser realizados, com esses e outros materiais, a fim de esclarecer todas as dúvidas com relação à essa propriedade, nos cimentos endodônticos e, enfim, ter a possibilidade de termos um material insolúvel, se possível.

### **6.2.2 Alteração dimensional**

Geralmente, a manutenção do bloqueio físico do canal, protegendo da invasão de bactérias originárias da cavidade bucal, é a prioridade do tratamento de canal. Para essa perspectiva, cimentos e outros componentes de preenchimento podem ser também volumetricamente estáveis ou aumentar de forma insignificante<sup>58</sup>.

A magnitude e o arranjo da alteração dimensional dependem do tipo de material e das condições experimentais<sup>42</sup>. Com relação às condições experimentais, a presença de água é fator imprescindível, uma vez que a alteração dimensional é resultado de ganho ou perda de água para o meio<sup>82</sup>. Segundo Wilson, Paddon<sup>82</sup> (1993), a alteração dimensional dos cimentos não é apenas resultado da contração de presa desses materiais, mas também da alteração



dimensional higroscópica, que deve ser considerada devido ao balanço de água nesses materiais. A umidade é um fator que influencia na estabilidade dimensional, como mostrou Kanchanavasita et al.<sup>42</sup> (1995) em seu trabalho, no qual submeteu cimentos endodônticos a diferentes temperaturas e umidades relativas, observando várias magnitudes de alteração dimensional, atribuídas à perda de água em ambiente seco, à perda de água durante a reação de polimerização e à absorção de água em ambiente úmido.

Com relação ao tipo de material, em materiais resinosos, a polimerização de radicais livres de monômeros residuais incorporados ao material causa contração inicial. Monômeros menores produzem mais contração que monômeros maiores. A transformação de um material viscoso em duro acarreta aumento na densidade e decréscimo de volume. Porém, a expansão higroscópica, resultado da absorção de água na matriz, por grupos hidrofílicos, compensa a contração que ocorre inicialmente no material. Segundo Geurtzen<sup>33</sup> (1998), a água é um importante fator na degradação química de compósitos, resultando em reações hidrolíticas e expansão do material. Esse fenômeno pôde ser observado nos cimentos endodônticos resinosos Epiphany, Acroseal e AH Plus, em que a observação da contração de presa foi suprimida pela expansão do material, dado a absorção de água. Essa absorção foi significativamente maior no cimento endodôntico Epiphany, provavelmente por causa da sua maior capacidade de absorção de água. Além disso, há diferenças nas resinas desses materiais. Segundo Silva et al.<sup>68</sup> (1994), existem diferenças entre as resinas e suas respectivas quantidades encontradas nas fórmulas dos cimentos. Resinas são encontradas com diferentes tipos de marcas, cada uma delas possuindo alteração dimensional diferente, ou seja, diferentes graus de expansão. Todos os cimentos endodônticos resinosos apresentaram, neste estudo, expansão logo no início do período experimental.

Acroseal apresentou expansão contínua e pronunciada em todos os períodos experimentais. Esse fato pode ser atribuído à contínua absorção de água nesse material.

Porém, todos os materiais, em algum momento, têm a absorção de água estabilizada<sup>8</sup>. Diante disso, fica a dúvida de que, em qual momento, se houver, as dimensões do Acroseal se estabilizariam? Quando essa estabilidade dimensional fosse atingida, já não teriam ocorrido danos à estrutura radicular?

Ainda com relação à absorção de água, o Acroseal possui hidróxido de cálcio, que pode aumentar essa absorção<sup>76</sup>.

O cimento endodôntico AH Plus, apesar da expansão até o período de 14 dias, e contração a partir de então, foi o material que mais apresentou estabilidade dimensional, se verificada ao longo de todo o período. A expansão observada pelo AH Plus está de acordo com o trabalho realizado por Ørstavik et al.<sup>58</sup> (2001), em que esse material apresentou expansão, acima do recomendado pela norma ISO<sup>39</sup> (2001), no período de avaliação. Está de acordo também com estudo realizado por Versiani et al.<sup>76</sup> (2006), em que o AH Plus mostrou expansão ao longo do período experimental, porém, nele foi observado um grau de expansão maior (1,3%) do que o observado em nosso estudo. A absorção de água, pelo AH Plus, após polimerização é, provavelmente, a responsável pela expansão<sup>3,63</sup>. A partir de 14 dias de armazenamento em água, o AH Plus passou a apresentar contração, porém, não significativa.

Epiphany mostrou altos valores de expansão. Isto poderia ser explicado pela presença de metacrilatos hidrofílicos. Materiais polimerizados pela mistura de monômeros hidrofílicos mostram maior absorção de água<sup>60</sup>. O polo natural é uma matriz polimérica e a presença de outras ligações são importantes para absorção de água e expansão higroscópica dos materiais resinosos<sup>62</sup>. Outro aspecto são os componentes do material, que podem afetar a absorção de água, como o hidróxido de cálcio.

Estudo realizado por Versiani et al.<sup>76</sup> (2006), mostrou elevada expansão do Epiphany (8,1%) ao longo dos períodos experimentais, estando de acordo com nosso estudo.

O cimento endodôntico Polifil, também mostrou expansão ao longo do tempo. Essa expansão, significativa no 2° e 30° dias de armazenamento, também pode ser atribuída à absorção de água pelo material. Assim como ocorreu com os outros materiais deste estudo, a expansão suprimiu a contração inicial, dada pela reação polimérica (polímeros da mamona) e pela consistência fluida desse cimento endodôntico. Segundo Benatti et al.<sup>5</sup> (1978), quando o material possui consistência fluida, a contração é muito maior.

Esse material, ainda em fase experimental não possui estudos que possam ser relacionados ao nosso. Porém, avaliando o comportamento de outros materiais que possuem os mesmos componentes, podemos especular que materiais que também contém óxido de zinco mostram expansão. Kazemi et al.<sup>44</sup> (1993) observaram expansão de materiais com óxido de zinco, atingindo valores máximos 48 horas depois de armazenamento em água. Além disso, o carbonato de cálcio (presente no Polifil) também pode ser responsável pela expansão higroscópica<sup>35</sup>.

Materiais que apresentam expansão podem, em alguns momentos, apresentar perda de dimensão. Esse fato pode ocorrer porque absorção de água e dissolução ocorrem simultaneamente<sup>44</sup>. Em nosso estudo, pudemos observar, em alguns momentos, perda de dimensão, mesmo que não significativa.

Todos os materiais pesquisados mostraram expansão, em graus diferentes, e acima da recomendada pela ISO<sup>39</sup> (2001). Apesar disso, a expansão de um cimento endodôntico é sempre mais aconselhável que a contração. O aumento da alteração dimensional sugere um material com bom efeito selador<sup>19,78</sup>.

A contração do cimento endodôntico não é desejada, pois dela resultam espaços que seriam habitat em potencial para microrganismos patogênicos<sup>27</sup>. Com 1% de contração, o cimento endodôntico promove um vazio de 1  $\mu\text{m}$ . Isto é, teoricamente suficiente para que uma infinidade de microrganismos ocupem e penetrem. Dados os problemas adicionais

associados ao preenchimento completo do canal radicular e ao material orgânico frequentemente deixado após a instrumentação, um insuficiente e contrátil material de preenchimento pode ser mais indesejado para o sucesso do tratamento do que um material que se expande insignificamente<sup>45</sup>.

Apesar de a expansão ser mais vantajosa que a contração, aquela deve ser limitada. Expansão exagerada pode gerar forças capazes de romper a adesão do cimento à dentina e à guta percha, prejudicando, também, a integridade da obturação<sup>27</sup>. Se os materiais de preenchimento expandirem muito, há o risco de fratura da raiz. A presa e a expansão do cimento durante a estocagem induzem a uma pressão radial no canal dentinário. O risco de fratura está diretamente associado à distorção tangencial, à magnitude do módulo de elasticidade da dentina e do material de preenchimento, ao percentual de expansão do material de preenchimento e à força de tensão da dentina<sup>69</sup>.

O máximo de estresse de deformação tangencial, desenvolvido no aspecto pulpar, é proporcional à expansão e ao módulo de alteração volumétrica dos cimentos. Mesmo os compostos mais inflexíveis, com total de expansão de 0,5%, deixam o estresse da deformação tangencial com um fator seguro no que diz respeito à medição da força de tensão da dentina. Além disso, a colocação de guta-percha, material de baixa alteração volumétrica, reduz o volume de canais afetados pela expansão do cimento e espera-se que absorva parte do estresse gerado<sup>58</sup>.

Portanto, as conseqüências da expansão ou contração dos cimentos são altamente dependentes do material e do meio em que se encontram.

### 6.2.3 Resistência à compressão

Poucos pesquisadores dão à devida importância à resistência à compressão. Torabinejad et al.<sup>74</sup> (1995) afirma que a resistência à compressão é um fator importante a se considerar quando um material é colocado em uma cavidade que sofrerá pressão oclusal. Porque os cimentos endodônticos não são submetidos à pressão direta, a resistência à compressão não é tão importante quanto para um material utilizado em defeitos de superfícies oclusais. Porém, Curson, Kirk<sup>22</sup> (1968) e Stewart<sup>72</sup> (1958), entretanto, asseguram que a resistência do cimento pode determinar a força necessária para remover a obturação e preparar o canal para retenção. Além disso, o desenvolvimento da resistência à compressão pode ser usado para monitorar outras propriedades, como o processo de presa<sup>57</sup> e a espessura de película<sup>38</sup>.

A resistência é um fator que envolve durabilidade e permanência. O reforço dos dentes é sim uma razão para a seleção de um cimento que possua força (resistência)<sup>51</sup>.

Neste estudo, os maiores valores de resistência à compressão foram atribuídos aos cimentos endodônticos à base de resina epóxi. Isto está de acordo com outros estudos, como os de Ørstavik<sup>57</sup>, (1983) e Eldeniz, Ørstavik<sup>26</sup> (2005). Entretanto, nesse estudo de Eldeniz, Ørstavik<sup>26</sup> (2005) foi utilizado o cimento endodôntico AH 26, antecessor do AH Plus, que também contém aminas epóxi. Aquele material mostrou resistência à compressão inferior (65MPa) ao que mostrou o AH Plus (60,50MPa), em um período de 7 dias. Esse fato poderia ser atribuído à exclusão do formaldeído da fórmula do AH Plus que, segundo esse autor, interferia negativamente nas propriedades do material, tanto biológica, quanto físico-química. Já no estudo de Eldeniz, Ørstavik<sup>26</sup> (2005), a resistência à compressão do AH Plus mostrou valores que estão de acordo com os encontrados neste estudo, porém os períodos experimentais daquele não ultrapassaram 48 horas.

Apesar dos consideráveis valores de resistência à compressão dos cimentos endodônticos à base de resina epóxi; Acroseal, AH Plus e Epiphany mostraram queda da resistência ao longo do tempo. Esse fenômeno poderia ser explicado pela absorção de água nesses materiais. A água desencadeia o processo de degradação, deixando oligômeros e monômeros. A continuação do processo é a criação de poros na matriz, e os oligômeros e monômeros são liberados. Em consequência, há uma queda da resistência mecânica<sup>34</sup>. O cimento endodôntico Acroseal mostrou queda considerável de resistência no período de 30 dias. Uma queda abrupta na resistência de um material pode ser atribuída, naquele momento, a um colapso da matriz<sup>78</sup>. Especula-se que outro fator, o qual poderia ser atribuído à queda de resistência do Acroseal, além da absorção de água, seria a presença de bismuto em sua fórmula. Estudo realizado por Camilleri<sup>15</sup> (2008) mostrou que, na avaliação da resistência à compressão do MTA, o bismuto afetou a hidratação do hidróxido de cálcio e reduziu consideravelmente a resistência.

Mais um fator a ser considerado na queda da resistência mecânica do Acroseal e do Epiphany é a presença do hidróxido de cálcio. As propriedades mecânicas dos materiais são afetadas negativamente pela água incluída no hidróxido de cálcio residual<sup>37</sup>.

O cimento endodôntico Epiphany mostrou um comportamento curioso na resistência à compressão ao longo do tempo. Esse material foi colocado por este estudo e por outros, como os de Donnelly et al.<sup>25</sup> (2007); Eldeniz, Ørstavik<sup>26</sup> (2005); Souza<sup>71</sup> (2007) e Versiani et al.<sup>76</sup> (2006) como tendo grande capacidade de absorver água. Cimentos resinosos à base de metacrilato, como o Epiphany, quando expostos aos fluidos teciduais, tornam-se altamente suscetíveis à absorção de água<sup>11,73</sup>. A absorção de água plastifica os polímeros, diminui suas propriedades físico-químicas e, conseqüentemente, a longevidade na integridade da obturação. A grande absorção de água do Epiphany poderia explicar a abrupta queda da resistência, assim que foi colocado em água destilada. Porém, até o período de 60 dias, houve

aumento da resistência à compressão, estando de acordo com o estudo de Eldeniz, Ørstavik<sup>26</sup> (2005), no qual a resistência foi crescendo durante os períodos de avaliação. Esse aumento da resistência poderia ser atribuída ao fato de que a absorção de água nos materiais é estabilizada ao longo de um certo período de estocagem<sup>8</sup>. Ao atingir 60 dias de armazenamento, os valores de resistência do Epiphany tornaram a decair consideravelmente. Como já foi dito, uma queda abrupta de resistência pode ser atribuída a um colapso na matriz<sup>78</sup>.

O cimento endodôntico experimental Polifil apresentou baixos valores de resistência à compressão. Esse material não possui resina epóxi em sua composição, sendo um cimento endodôntico que contém óxido de zinco, carbonato de cálcio e poliol. Este último é sintetizado a partir do óleo de mamona, obtendo-se um poliéster trifuncional (plástico). Isto poderia explicar os baixos valores de resistência. Estudos realizados por McComb, Smith<sup>51</sup> (1976) e Ørstavik<sup>57</sup> (1983) mostraram que os materiais à base de óxido de zinco tiveram os menores valores de resistência à compressão. Além disso, o Polifil é um material que, após a presa, apresenta bolhas de ar em seu interior. Esse fato poder ser atribuído à fluidez do material quando da mistura. Segundo Mutal, Gani<sup>53</sup> (2005), se a mistura é fluida, bolhas surgirão mais facilmente, podendo perder a força. Coomaraswamy et al.<sup>21</sup> (2007) avaliaram a relação entre resistência à compressão e a presença de poros; verificou que quanto maior a quantidade de poros, menor a resistência à compressão. Assim como ocorreu em todos os materiais, houve diminuição da resistência à compressão logo que o Polifil foi colocado em meio líquido. A absorção de água pelo material, embora em pequena quantidade, poderia ser a responsável pela diminuição da resistência. Uma vez estabilizada a absorção, pôde-se observar crescimento lento, mas contínuo da resistência à compressão. Apesar de altos valores de resistência, desde que não sejam superiores à da dentina ( $59\pm 7$ MPa), possibilitar estabilidade do material, baixa resistência à compressão poderia ser vantajosa no sentido não haver força contrária (resistente) aos esforços mastigatórios, nem força aplicada às paredes do

canal radicular. Segundo Ørstavik et al.<sup>58</sup> (2001), não há pré-requisito para a força dos cimentos, nem quando associados à preparação para pinos intra-radiculares. Preferivelmente, eles podem mostrar alguma elasticidade, seguida de deformação dentro do canal, quando submetidos à mastigação ou outro estresse.

A resistência à compressão dos cimentos endodônticos, verificada neste estudo, pode e deve ser considerada. Porém, outros estudos devem ser realizados a fim de se estabelecer conclusões concretas a respeito dessa propriedade mecânica, principalmente com relação aos materiais como Acroseal, cujos estudos ainda são escassos; e Polifil, material ainda em fase experimental.



## 7 Conclusão

Diante dos resultados obtidos, considerando as limitações inerentes à metodologia empregada, podemos concluir que:

1) Em relação à massa inicial, os cimentos endodônticos Acroseal, AH Plus, Epiphany e Polifil apresentaram ganho de massa, ao longo dos períodos experimentais. Epiphany foi o único material que apresentou desintegração. Os maiores valores de ganho de massa foram obtidos pelo Acroseal, seguido de Polifil, Epiphany e AH Plus. Com exceção do Epiphany, todos os materiais estão dentro das exigências da norma ISO.

2) Em relação à dimensão inicial, todos os cimentos endodônticos apresentaram expansão, acima do recomendado pela norma ISO. Os maiores valores de expansão foram obtidos pelo Epiphany, seguido de Acroseal, Polifil e AH Plus.

3) Os maiores valores de resistência à compressão foram obtidos pelo AH Plus, seguido do Epiphany, Acroseal e Polifil.

4) AH Plus mostrou superioridade nas propriedades físico-químicas avaliadas, em relação ao Acroseal, Epiphany e Polifil.

## 8 Referências\*

1. Almeida JFA, Gomes BPFA, Ferraz CCR, Souza-Filho FJ, Zaia AA. Filling of artificial lateral canals and microleakage and flow of five endodontic sealers. *Int Endod J.* 2007; 40: 692-9.
2. American National Standard. American Dental Association Specification N° 57 for endodontic filling materials. Chicago: ADA; 1984.
3. Anusavice KJ. Materiais dentários de Philips. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan; 1998. 412p.
4. Bandyopadhyay S. A study of the volumetric setting shrinkage of some dental materials. *J Biomed Mater Res.* 1982;16 :135-44.
5. Benatti O, Stolf LW, Ruhnke LA. Verification of the consistency, setting time, and dimensional changes of root canal filling materials. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Endod.* 1978; 46: 107-13.
6. Bortoluzzi EA. Avaliação da influência do cloreto de cálcio nas propriedades físico-químicas e antimicrobiana do MTA e do cimento Portland branco com radiopacificador [Tese de Doutorado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2007.
7. Bozeman TB, Lemon RR, Eleazer PD. Elemental analysis of crystal precipitate from gray and white MTA. *J Endod.* 2006; 32 : 425-8.
8. Braden M, Clarke RL. Water absorption characteristics of dental microfine composite filling materials. I proprietary materials. *Biomater.* 1984; 5: 369.
9. Braga RR, Cesar PF, Gonzaga CC. Mechanical properties of resin cements with different activation modes. *J Oral Rehabil* 2002; 29: 257-62.

---

\*De acordo com o estilo Vancouver. Disponível no site: [http://www.nlm.nih.gov/bsd/uniform\\_requirements.html](http://www.nlm.nih.gov/bsd/uniform_requirements.html)

10. Branstetter J, Fraunhofer JA. The physical properties and sealing action of endodontic sealer cements: a review of the literature. *J Endod.* 1982; 8: 312-6.
11. Bresi L, Mazzoni A, Ruggeri A, Cadenara M, Di Leonarda R, Dorigo ES. Dental adhesion review: aging and stability of the bonded interface. *Dent Mater.* 2008; 24: 90-101.
12. British Standards Institution. Specification for Dental Glass Ionomer Cements BSI 6039: London: BSI; 1981.
13. British Standard Institution. Testing hardened concrete: part 1: Shape dimensions and other requirements for specimens and moulds, BS EN 12390-1: London: BSI; 2000.
14. Caicedo R, Fraunhofer JA. The properties of endodontic sealer cements. *J Endod.* 1988; 14: 527-35.
15. Camilleri J. The physical properties of accelerate Portland cement for endodontic use. *Int Endod J.* 2008; 41: 151-7.
16. Camps J, Pommel L, Bukiet F, About I. Influence of the power/liquid ratio on the properties of zinc oxide-eugenol-based root canal sealers. *Dent Mater.* 2004; 20: 915-23.
17. Carvalho-Júnior JR, Guimarães LFL, Pécora JD, Sousa-Neto MD. Evaluation of solubility, disintegration, and dimensional alterations of a glass ionomer root canal sealer. *Braz Dent J.* 2003; 14: 114-8.
18. Carvalho-Junior JR, Correr-Sobrinho L, Correr AB, Sinhoreti MAC, Consani S, Sousa-Neto M. Solubility and dimensional change after setting of root canal sealers: a proposal for smaller dimensions of test samples. *J Endod.* 2007; 33: 1110-6.
19. Chng HK., Islam I, Yap AUJ, Tong YW, Koh ET. Properties of a New Root-End Filling Material. *J Endod.* 2005; 31: 665-8.
20. Committee on Nonconvention Concrete technologies for Renewal of the Highway Infrastructure, Commission on Engineering and Technical Systems, National Research Council. Washington: The National Academics Press; 1997.

21. 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: 295-8.
22. Curson I, Kirk EE. An assessment of root canal-sealing cements. *Oral Surg. Oral Med. Oral Pathol Oral Endod.* 1968; 26: 229.
23. Danesh G, Dammaschke T, Gerth HUV, Zandbiglari T, Schäfer E. A comparative study of selected properties of ProRoot mineral trioxide aggregate and two Portland cements. *Int Endod J.* 2006; 39: 213-9.
24. Deonizio MDA, Gabardo MCL, Silva WJ, Tsuda LM, Rached RN, Silva Neto UX. Avaliação das propriedades físico-químicas de cimentos obturadores de canais radiculares. *Rev Bras Odontol.* 2003; 60: 353-6.
25. Donnelly A, Sword J, Nishitani Y, Yoshiyama M, Agee K, Tay FR, et al. Water sorption and solubility of methacrylate resin-based root canal sealers. *J Endod.* 2007; 33: 990-4.
26. Eldeniz AU, Ørstavik D. Physical properties of newly developed root canal sealers [abstract]. *Int Endod J.* 2005; 38 (Suppl.1): 17.
27. Fidel RAS, Fidel S, Spanó JCE, Barbin EL, Pécora JD. Estudo “in vitro” da estabilidade dimensional de alguns cimentos endodônticos contendo hidróxido de cálcio. *Rev Bras Odontol.* 1995; 52: 14-6.
28. Finger WJ, Lee KS, Podszun W. Monomers with low oxygen inhibition as enamel/dentin adhesives. *Dent Mater.* 1996; 12: 256-61.
29. Franco EB, Lopes LG, D'alpino PH, Pereira JC, Mondelli RF, Navarro MF. Evaluation of compatibility between different types of adhesives and dual-cured resin cement. *J Adhes Dent.* 2002; 4: 271-5.
30. Fridland M, Rosado R. Mineral Trioxide Aggregate (MTA) solubility and porosity with different water-to-power ratios. *J Endod.* 2003; 29: 814-7.

31. Fridland M, Rosado R. MTA Solubility: a long term study. *J Endod.* 2005;5: 376-9.
32. Fuss Z, Charniaque O, Pilo R, Weiss E. Effect of various mixing ratios on antibacterial properties and hardness of endodontic sealers. *J Endod.* 2000; 26: 519-22.
33. Geurtzen W. Substances released from dental resin composites and glass ionomer cements. *Eur J Oral Sci.* 1998; 106: 687.
34. Göpferich A. Mechanisms of polymer degradation and erosion. *Biomater.* 1996;17: 103-14.
35. Grajower R, Guelmann M. Dimensional changes during setting of a glass ionomer filling material. *Dent Res.* 1989; 20: 505-11.
36. Grossman LI. Physical properties of root canal cements. *J Endod.* 1976; 2: 166-75.
37. Hosoya N, Kurayama H, Lino F, Arai T. Effects of calcium hydroxide on physical and sealing properties of canal sealers. *Int Endod J.* 2004; 37: 178-84.
38. Islam I, Chng HK, Yap AUJ. Comparison of the physical and mechanical properties of MTA and Portland cement. *J Endod.* 2006; 32: 193-7.
39. International Organization for Standardization ISO 6876-2: 2001: dental root canal sealing materials. Geneve: ISO; 2001.
40. International Organization for Standardizarion ISO 9917-1: 2003: for dentistry-water-based cements. Geneve: ISO; 2003.
41. Johnson BR. Considerations in the selection of a root-end filling material. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Endod.* 1999; 87: 398-404.
42. Kanchanavasita W, Pearson GJ, Anstice HM. Influence of humidity on dimensional stability of a range of ion-leachable cements. *Biomater.* 1995; 16: 921-9.
43. Kaplan AE, Goldberg F, Artaza LP, De Silvio A, Macchi RL. Disintegration of endodontic cements in water. *J Endod.* 1997; 23: 439-41.

44. Kazemi RB, Safavi KE, Spangberg LSW. Dimensional changes of endodontic sealers. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Endod.* 1993; 76: 766-71.
45. Kirkevang L, Ørstavik D, Hørsted-Bindslev P, Wenzel A. Periapical status and coronal restorations in a Danish population. *J Endod.* 2000; 26: 523-8.
46. Kost J, Leong K, Langer R. Ultrasound-enhanced polymer degradation and release of incorporated substances. *Proc Nat Acad Sci.* 1989; 86: 7663-6.
47. Lee YL, Lee BS, Lin FH, Lin AY, Lan WH, Lin CP. Effects of physiological environments on the hydration behavior of mineral trioxide aggregate. *Biomater.* 2004; 25: 787-93.
48. Leonard JE, Gutmann JL, Guo IY. Apical and coronal seal of roots obturated with a dentine bonding agent and resin. *Int Endod J.* 1996; 29: 76-83.
49. Leonardo MR, Silva LAB, Almeida WA, Utrilla LS. Tissue response to an epoxy resin-based root canal sealer. *Endod Dent Traumatol* 1999; 15: 28.
50. Limkangwalmongkol S, Burtscher P, Abott PV, Sandler AB, Bishop BM. A comparative study of the apical leakage of four root canal sealers and laterally condensed gutta-percha. *J Endod* 1991; 17: 495-9.
51. McComb D, Smith DC. Comparison of physical properties of polycarboxylate-based and conventional root canal sealers. *J Endod.* 1976; 2: 228-35.
52. McMichen FRS, Pearson G, Rahbaran S, Gulabivala K. A comparative study of selected physical properties of five root-canal sealers. *Int Endod J.* 2003; 36: 629-35.
53. Mutal L, Gani O. Presence of pores and vacuoles in set endodontic sealers. *Int Endod J.* 2005; 38: 690-6.
54. Neville AM. *Properties of concrete.* London: Longman Scientific and Technical; 1981. 481p.

55. O'Brien WJ, Ryge G. Materiales dentales y su selección. Buenos Aires: Panamericana; 1980. p.300.
56. Ono K, Matsumoto K. Physical properties of CH61, a newly developed root canal sealer. *J Endod.* 1998; 24: 244-7.
57. Ørstavik D. Physical properties of root canal sealers: measurement of flow, working time, and compressive strength. *Int Endod J.* 1983; 16: 99-107.
58. Ørstavik D, Nordahl I, Tibballs JE. Dimensional change following setting of root canal sealer materials. *Dent Mater.* 2001; 17: 512-9.
59. Örtengren U, Wellendorf H, Karlsson S, Ruyter IE. Water sorption and solubility of dental composites and identification of monomers released in an aqueous environment. *J Oral Rehabil.* 2001; 28: 1106-15.
60. Oysaed H, Ruyter IE. Water sorption and filler characteristics of composites for use in posterior teeth. *J Dent Res.* 1986; 65: 1315-8.
61. Perassi FT. Resposta tecidual ao cimento endodôntico resinoso Endorez e um cimento experimental derivado do polímero da mamona comparados ao Endofill e Sealapex. Estudo morfológico. [Tese de Doutorado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2004.
62. Peutzfeldt A. Resin composites in dentistry: the monomer system. *Eur J Oral Sci.* 1997; 105: 97-116.
63. Phillips RW. Skinner's science of dental materials. Philadelphia: Saunders; 1991. 221p.
64. Poggio C, Lombardini M, Alessandro C, Simonetta R. Solubility of root-end-filling materials: a comparative study. *J Endod.* 2007; 33: 1094-7.
65. Rueggeberg FA, Margeson DH. The effect of oxygen inhibition on an unfilled/filled composite system. *J Dent Res.* 1990; 69: 1652-8.
66. Ruyter IE. Physical and chemical aspects related to substances released from polymer materials in an aqueous environment. *Adv Dent Res.* 1995; 9: 344.

67. Schäfer E, Zandbiglari T. Solubility of root-canal sealers in water and artificial saliva. *Int Endod J.* 2003; 36: 660-9.
68. Silva RG, Savioli RN, Cruz Filho AM, Pécora JD. Estudo da estabilidade dimensional, solubilidade e desintegração e radiopacidade de alguns cimentos obturadores dos canais radiculares do tipo Grossman. *Rev ABO Nac.* 1994; 2: 40-3.
69. Sokolnikoff IS. *Mathematical theory of elasticity.* 2<sup>nd</sup> ed. New York: McGraw-Hill; 1956.
70. Sousa-Neto MD, Guimarães LF, Saquy PC, Pécora JD. Effect of different grades of gum rosins and hydrogenated resins on the solubility, disintegration, and dimensional alterations of grossman cement. *J Endod.* 1999; 25: 477-80.
71. Souza SFC. Cimentos resinosos endodônticos: selamento apical, aspectos micromorfológicos, características físicas e resistência de união à dentina. [Tese de Doutorado]. Ribeirão Preto: Faculdade de Odontologia da USP; 2007.
72. Stewart GG. Comparative study of three root canal sealing agents. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Endod.* 1958; 11: 1029.
73. Tay FR, Pashley DH. Water treeing-a potential for degradation of dentin adhesives. *Am J Dent* 2003; 16: 6-12.
74. Torabinejad M, Hong CU, McDonald F, Pitt Ford TR. Physical and chemical properties of a new root-end filling material. *J Endod.* 1995; 21: 349-53.
75. Valera MC, Anbinder AL, Leonardo MR, Parizoto NA, Kleinke MU. Cimentos endodônticos: análise morfológica imediata e após seis meses utilizando microscopia de força atômica. *Pesqui Odontol Bras.* 2000; 14: 199-204.
76. Versiani MA, Carvalho-Júnior JR, Padilha MIAF, Lacey S, Pascon EA, Sousa-Neto MD. A comparative study of physicochemical properties of AH Plus and Epiphany root canal sealants. *Int Endod J.* 2006; 39: 646-71.



77. von Fraunhofer JA, Branstetter J. The physical properties of four endodontic sealer cements. *J Endod.* 1982; 8: 126-30.
78. von Fraunhofer JA, Branstetter J. The physical properties of four endodontic sealer cements: a review of the literature. *J Endod.* 1982; 8: 312-6.
79. Watts DC, Cash AJ, Chauhan J, Rathore S. Variables influencing hardness development in dual-cure composite luting materials (Abstract n°15). *J Dent Res* 1994 ;73: 801.
80. Wiener BH, Schilder H. A comparative study of important physical properties of various root canal sealers. *Oral Surg. Oral Med. Oral Pathol Oral Endod.* 1971; 32: 929-37.
81. Wilson AD. Specification test for the solubility and disintegration of dental cements: a critical evaluation of its meaning. *J Dent Res.* 1976; 55: 721-9.
82. Wilson A, Paddon JM. Dimensional changes occurring in a glass-ionomer cement. *J Dent.* 1993; 6: 280-2.
83. Wu MK, Fan B, Wesselink PR. Diminished leakage along root canals filled with gutta-percha without sealer over time: a laboratory study. *Int Endod J.* 2000; 33: 121-5.

### Anexo 1 – Fichas para registro e medidas de massa (em g) das amostras dos testes de solubilidade

#### Acroseal

Amostra	Inicial	24h	48h	72h	7dias	14 dias	30 dias	60 dias	90 dias
1	2,506	2,506	2,511	2,514	2,516	2,528	2,550	2,611	2,626
2	2,496	2,498	2,505	2,509	2,511	2,525	2,542	2,609	2,619
3	2,539	2,539	2,544	2,548	2,550	2,562	2,581	2,634	2,650
4	2,496	2,505	2,509	2,514	2,516	2,532	2,562	2,623	2,634
5	2,535	2,536	2,541	2,546	2,546	2,562	2,584	2,647	2,664
6	2,512	2,513	2,518	2,523	2,524	2,539	2,559	2,618	2,630
7	2,513	2,514	2,518	2,521	2,524	2,538	2,557	2,609	2,622
8	2,484	2,487	2,493	2,498	2,499	2,514	2,540	2,604	2,615
9	2,484	2,484	2,490	2,495	2,498	2,509	2,526	2,571	2,583
10	2,510	2,512	2,517	2,520	2,522	2,534	2,554	2,613	2,624

#### Massa hidratada

Amostra	Inicial	24h	48h	72h	7dias	14 dias	30 dias	60 dias	90 dias
1	2,505	2,505	2,506	2,505	2,507	2,511	2,528	2,575	2,600
2	2,495	2,495	2,500	2,498	2,502	2,507	2,521	2,579	2,596
3	2,537	2,537	2,540	2,539	2,542	2,546	2,564	2,613	2,636
4	2,495	2,503	2,505	2,504	2,506	2,512	2,540	2,591	2,610
5	2,535	2,536	2,536	2,534	2,537	2,542	2,561	2,616	2,640
6	2,511	2,511	2,513	2,513	2,515	2,521	2,540	2,594	2,615
7	2,510	2,511	2,514	2,514	2,516	2,522	2,538	2,586	2,606
8	2,484	2,485	2,488	2,487	2,490	2,494	2,519	2,577	2,592
9	2,482	2,484	2,485	2,488	2,502	2,514	2,520	2,552	2,570
10	2,463	2,509	2,513	2,512	2,514	2,519	2,535	2,589	2,606

#### Massa desidratada

#### AH Plus

Amostra	Inicial	24h	48h	72h	7dias	14 dias	30 dias	60 dias	90 dias
1	3,191	3,192	3,192	3,193	3,196	3,195	3,196	3,197	3,196
2	3,253	3,252	3,254	3,254	3,255	3,256	3,257	3,259	3,256
3	3,171	3,175	3,176	3,176	3,177	3,179	3,180	3,180	3,181
4	3,188	3,187	3,189	3,189	3,190	3,191	3,193	3,194	3,194
5	3,206	3,209	3,209	3,210	3,211	3,212	3,213	3,214	3,215
6	3,168	3,167	3,169	3,169	3,169	3,171	3,173	3,173	3,174
7	3,138	3,138	3,139	3,139	3,140	3,142	3,142	3,144	3,144
8	3,265	3,271	3,273	3,273	3,274	3,275	3,276	3,277	3,278
9	3,215	3,215	3,216	3,216	3,217	3,218	3,220	3,221	3,221
10	3,160	3,161	3,161	3,162	3,163	3,164	3,165	3,166	3,167

#### Massa hidratada

Amostra	Inicial	24h	48h	72h	7dias	14 dias	30 dias	60 dias	90 dias
1	3,191	3,191	3,191	3,191	3,193	3,194	3,195	3,195	3,196
2	3,253	3,253	3,253	3,252	3,254	3,256	3,257	3,258	3,258
3	3,171	3,174	3,175	3,177	3,177	3,178	3,179	3,180	3,183
4	3,187	3,187	3,188	3,188	3,189	3,191	3,192	3,193	3,193
5	3,207	3,208	3,209	3,210	3,210	3,211	3,213	3,214	3,214
6	3,168	3,168	3,168	3,169	3,169	3,170	3,172	3,174	3,173
7	3,137	3,137	3,138	3,139	3,169	3,141	3,142	3,143	3,144
8	3,265	3,272	3,272	3,272	3,273	3,275	3,276	3,275	3,277
9	3,214	3,214	3,215	3,216	3,216	3,217	3,219	3,219	3,221
10	3,159	3,161	3,161	3,162	3,162	3,164	3,165	3,162	3,166

#### Massa desidratada

## Epiphany

Amostra	Inicial	24h	48h	72h	7dias	14 dias	30 dias	60 dias	90 dias
1	2,838	2,858	2,891	2,898	2,878	2,893	2,876	2,883	2,881
2	2,842	2,866	2,896	2,899	2,885	2,897	2,871	2,877	2,869
3	2,828	2,851	2,885	2,887	2,870	2,884	2,845	2,864	2,857
4	2,797	2,819	2,851	2,846	2,838	2,846	2,829	2,836	2,832
5	2,846	2,861	2,886	2,901	2,893	2,904	2,889	2,900	2,903
6	2,817	2,839	2,879	2,873	2,863	2,869	2,847	2,853	2,850
7	2,848	2,862	2,892	2,897	2,895	2,903	2,892	2,899	2,899
8	2,837	2,859	2,893	2,894	2,878	2,885	2,866	2,868	2,863
9	2,836	2,837	2,878	2,893	2,891	2,894	2,844	2,889	2,887
10	2,868	2,887	2,913	2,924	2,922	2,929	2,922	2,930	2,922

Massa hidratada

Amostra	Inicial	24h	48h	72h	7dias	14 dias	30 dias	60 dias	90 dias
1	2,834	2,835	2,834	2,805	2,813	2,822	2,805	2,796	2,796
2	2,840	2,840	2,839	2,812	2,821	2,823	2,803	2,791	2,794
3	2,823	2,825	2,821	2,786	2,794	2,801	2,778	2,769	2,773
4	2,793	2,791	2,876	2,755	2,763	2,770	2,757	2,743	2,743
5	2,844	2,844	2,847	2,834	2,845	2,848	2,839	2,836	2,841
6	2,810	2,811	2,810	2,781	2,789	2,794	2,771	2,760	2,763
7	2,840	2,842	2,846	2,834	2,844	2,848	2,841	2,833	2,837
8	2,833	2,830	2,830	2,798	2,806	2,814	2,789	2,777	2,779
9	2,836	2,837	2,835	2,823	2,837	2,841	2,830	2,824	2,826
10	2,868	2,869	2,873	2,861	2,870	2,875	2,868	2,864	2,868

Massa desidratada

## Polifil

Amostra	Inicial	24h	48h	72h	7dias	14 dias	30 dias	60 dias	90 dias
1	2,237	2,244	2,243	2,248	2,248	2,257	2,268	2,278	2,248
2	2,252	2,259	2,257	2,264	2,264	2,279	2,286	2,303	2,264
3	2,261	2,270	2,268	2,274	2,274	2,290	2,307	2,323	2,274
4	2,253	2,260	2,259	2,264	2,264	2,273	2,288	2,307	2,264
5	2,233	2,241	2,238	2,247	2,247	2,262	2,271	2,299	2,247
6	2,283	2,291	2,290	2,297	2,297	2,303	2,326	2,332	2,297
7	2,286	2,290	2,289	2,296	2,296	2,306	2,318	2,328	2,296
8	2,274	2,282	2,280	2,286	2,286	2,298	2,307	2,327	2,286
9	2,253	2,263	2,260	2,271	2,271	2,278	2,297	2,300	2,271
10	2,269	2,275	2,274	2,278	2,278	2,293	2,302	2,325	2,278

Massa hidratada

Amostra	Inicial	24h	48h	72h	7dias	14 dias	30 dias	60 dias	90 dias
1	2,236	2,237	2,238	2,238	2,238	2,239	2,240	2,243	2,238
2	2,252	2,252	2,253	2,252	2,252	2,254	2,254	2,258	2,252
3	2,261	2,263	2,263	2,263	2,263	2,265	2,267	2,272	2,263
4	2,253	2,253	2,254	2,253	2,253	2,254	2,255	2,259	2,253
5	2,232	2,233	2,234	2,234	2,234	2,236	2,236	2,244	2,234
6	2,283	2,284	2,285	2,284	2,284	2,286	2,288	2,290	2,284
7	2,285	2,284	2,285	2,285	2,285	2,286	2,288	2,291	2,285
8	2,274	2,274	2,274	2,275	2,270	2,275	2,276	2,279	2,270
9	2,253	2,255	2,255	2,255	2,255	2,257	2,262	2,261	2,255
10	2,268	2,269	2,269	2,269	2,267	2,273	2,276	2,289	2,267

Massa desidratada

**Anexo 2** - Fichas para registro e medidas de dimensão (em mm) das amostras dos testes de alteração dimensional.

#### Acroseal

Amostra	Inicial	24h	48h	72h	7dias	14 dias	30 dias	60 dias	90 dias
1	12,00	12,12	12,17	12,20	12,28	12,35	12,42	12,47	12,54
2	12,03	12,17	12,21	12,25	12,32	12,37	12,48	12,55	12,63
3	12,04	12,13	12,18	12,24	12,28	12,33	12,42	12,46	12,54
4	12,02	12,12	12,18	12,23	12,29	12,34	12,44	12,51	12,62
5	12,05	12,16	12,22	12,26	12,36	12,39	12,49	12,56	12,67
6	12,03	12,16	12,22	12,29	12,35	12,42	12,55	12,66	12,72
7	12,05	12,17	12,21	12,26	12,32	12,36	12,47	12,54	12,64
8	12,04	12,12	12,21	12,22	12,25	12,29	12,40	12,46	12,52
9	12,00	12,58	12,61	12,64	12,70	12,73	12,83	12,95	12,96
10	12,03	12,18	12,22	12,24	12,35	12,37	12,44	12,53	12,60

#### AH Plus

Amostra	Inicial	24h	48h	72h	7dias	14 dias	30 dias	60 dias	90 dias
1	12,00	12,06	12,06	12,07	12,07	12,08	12,07	12,06	12,06
2	12,05	12,11	12,12	12,12	12,13	12,10	12,11	12,06	12,07
3	12,04	12,08	12,09	12,10	12,11	12,10	12,12	12,10	12,10
4	12,02	12,05	12,06	12,05	12,07	12,07	12,08	12,06	12,04
5	12,00	12,01	12,01	12,03	12,02	12,05	12,05	12,04	12,02
6	12,03	12,11	12,11	12,11	12,11	12,13	12,11	12,08	12,08
7	12,05	12,08	12,08	12,09	12,11	12,10	12,08	12,04	12,05
8	12,01	12,07	12,11	12,11	12,17	12,12	12,09	12,06	12,04
9	12,00	12,19	12,18	12,18	12,21	12,15	12,16	12,12	12,12
10	12,02	12,05	12,06	12,06	12,07	12,08	12,08	12,06	12,04

#### Epipahny

Amostra	Inicial	24h	48h	72h	7dias	14 dias	30 dias	60 dias	90 dias
1	12,02	12,47	12,58	12,58	12,70	12,72	12,70	12,73	12,69
2	12,03	12,50	12,63	12,75	12,81	12,84	12,75	12,75	12,71
3	12,05	12,71	12,67	12,67	12,74	12,75	12,63	12,66	12,66
4	12,00	12,61	12,62	12,70	12,76	12,76	12,66	12,69	12,65
5	12,01	12,47	12,65	12,68	12,70	12,73	12,82	12,86	12,83
6	12,02	12,36	12,44	12,57	12,65	12,68	12,62	12,65	12,64
7	12,02	12,43	12,55	12,63	12,72	12,75	12,70	12,73	12,71
8	12,00	12,58	12,67	12,73	12,79	12,82	12,76	12,80	12,73
9	12,04	12,43	12,54	12,57	12,64	12,66	12,61	12,63	12,58
10	12,00	12,60	12,63	12,70	12,76	12,81	12,73	12,77	12,72

#### Polifil

Amostra	Inicial	24h	48h	72h	7dias	14 dias	30 dias	60 dias	90 dias
1	12,05	12,20	12,28	12,23	12,23	12,19	12,34	12,37	12,29
2	12,00	12,11	12,19	12,13	12,13	12,01	12,28	12,28	12,28
3	12,03	12,12	12,28	12,25	12,27	12,23	12,37	12,46	12,44
4	12,00	12,13	12,24	12,18	12,19	12,21	12,34	12,37	12,35
5	12,02	12,03	12,15	12,14	12,15	12,17	12,23	12,29	12,25
6	12,03	12,15	12,17	12,16	12,23	12,28	12,40	12,46	12,47
7	12,01	12,20	12,14	12,11	12,14	12,20	12,32	12,38	12,38
8	12,03	12,07	12,18	12,16	12,17	12,19	12,26	12,32	12,33
9	12,00	12,18	12,26	12,25	12,27	12,05	12,13	12,19	12,17
10	12,02	12,03	12,15	12,02	12,04	12,09	12,23	12,26	12,25

**Anexo 3 – Fichas para registro e medidas de resistência (em MPa) das amostras dos testes de resistência à compressão**

**Acroseal**

Amostra	Inicial	7dias	14 dias	30 dias	60 dias	90 dias
1	48,24	44,74	33,04	8,39	8,49	6,41
2	58,17	41,13	37,01	8,14	7,70	6,92
3	59,87	43,11	34,72	8,29	7,25	7,27
4	51,02	39,54	36,69	7,84	8,72	6,84
5	45,10	38,58	35,83	8,68	7,67	7,05
6	44,84	36,63	36,91	8,07	7,28	7,22
7	52,87	38,90	33,40	8,32	8,68	6,93

**AH Plus**

Amostra	Inicial	7dias	14 dias	30 dias	60 dias	90 dias
1	70,69	60,08	55,99	44,04	42,88	45,57
2	67,89	65,14	46,36	44,48	48,43	44,60
3	67,69	61,09	49,20	42,54	40,65	43,71
4	58,12	59,04	49,34	53,71	44,24	42,93
5	58,17	59,67	46,48	48,43	48,13	42,35
6	65,41	59,00	53,25	50,42	45,64	45,67
7	66,74	59,49	41,99	44,53	40,58	42,66

**Epiphany**

Amostra	Inicial	7dias	14 dias	30 dias	60 dias	90 dias
1	39,90	11,86	19,75	23,16	14,46	14,30
2	42,14	12,08	19,28	19,74	14,55	13,78
3	44,44	12,95	19,89	20,58	14,09	13,99
4	40,99	13,12	18,51	23,59	15,56	14,59
5	39,65	11,61	18,16	20,73	14,76	14,62
6	39,54	13,10	17,53	21,17	15,81	12,28
7	41,98	11,48	18,45	23,93	14,19	14,44

**Polifil**

Amostra	Inicial	7dias	14 dias	30 dias	60 dias	90 dias
1	1,27	0,30	0,38	0,42	1,79	5,43
2	1,17	0,29	0,37	0,38	1,67	4,50
3	1,25	0,28	0,29	0,44	1,72	5,36
4	1,27	0,28	0,34	0,41	1,64	4,52
5	1,21	0,26	0,32	0,37	1,62	4,26
6	1,23	0,26	0,31	0,46	1,65	4,89
7	1,24	0,30	0,34	0,42	2,08	4,98

Autorizo a reprodução deste trabalho.  
(Direitos de publicação reservado ao autor)

Araraquara, 26 de março de 2008.  
ADRIANA SIMIONATTO GUINESI