



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



**FERNANDA FERRARI ESTEVES TORRES**

**TESTES CONVENCIONAIS E EMPREGANDO MICRO-CT NA AVALIAÇÃO DE**  
**PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS DE MATERIAIS RETROBTURADORES E**  
**CIMENTOS ENDODÔNTICOS**

**Araraquara**

**2016**



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



**FERNANDA FERRARI ESTEVES TORRES**

**TESTES CONVENCIONAIS E EMPREGANDO MICRO-CT NA AVALIAÇÃO DE  
PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS DE MATERIAIS RETROBTURADORES E  
CIMENTOS ENDODÔNTICOS**

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

**Orientador: Prof. Dr. Mário Tanomaru Filho**  
**Co-orientadora: Prof<sup>ª</sup>. Dr<sup>ª</sup>. Roberta Bosso Martelo**

**Araraquara**

**2016**

Torres, Fernanda Ferrari Esteves

Testes convencionais e empregando Micro-CT na avaliação de propriedades físico-químicas de materiais retrobturadores e cimentos endodônticos / Fernanda Ferrari Esteves Torres.-- Araraquara: [s.n.], 2016.

79 f. ; 30 cm.

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

Orientador: Prof. Dr. Mário Tanomaru Filho

Co-orientador: Prof<sup>ª</sup>. Dr<sup>ª</sup>. Roberta Bosso Martelo

1. Endodontia 2. Microtomografia por raio-X 3. Propriedades físicas I. Título

Ficha catalográfica elaborada pela Bibliotecária Marley C. Chiusoli Montagnoli, CRB-8/5646

Serviço Técnico de Biblioteca e Documentação da Faculdade de Odontologia de Araraquara / UNESP

**FERNANDA FERRARI ESTEVES TORRES**

**TESTES CONVENCIONAIS E EMPREGANDO MICRO-CT NA AVALIAÇÃO DE  
PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS DE MATERIAIS RETROBTURADORES E  
CIMENTOS ENDODÔNTICOS**

Dissertação para obtenção do grau de Mestre.

**Comissão julgadora**

**Presidente e orientador:** Prof. Dr. Mário Tanomaru Filho

**2º Examinador:** Prof. Dr. Idomeo Bonetti Filho

**3º Examinador:** Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Yara Teresinha Corrêa Silva Sousa

Araraquara, 28 de março de 2016.

## **DADOS CURRICULARES**

### **FERNANDA FERRARI ESTEVES TORRES**

- Nascimento:** 04 de julho de 1990 - Araraquara – SP
- Filiação:** Fernando Esteves Torres  
Ruth Ferrari Esteves Torres
- 2009-2013** Graduação em Odontologia pela Faculdade de Odontologia de Araraquara – UNESP
- 2013** Curso de Extensão de Formação em Cirurgia Bucal pela Fundação Araraquarense de Ensino e Pesquisa em Odontologia - FAEPO
- 2014-2016** Especialização em Endodontia pela Fundação Araraquarense de Ensino e Pesquisa em Odontologia – FAEPO
- 2014-2016** Mestrado em Odontologia, área de Endodontia, pela Faculdade de Odontologia de Araraquara – UNESP

## **DEDICATÓRIA**

Dedico este trabalho aos meus pais Fernando e Ruth, por terem me dado suporte e apoio para chegar até aqui, além de serem meu alicerce, exemplo e inspiração.

## AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a Deus por me dar saúde, disposição e determinação para realizar meus sonhos, além de ter me enviado um anjo da guarda que nunca dorme.

Aos meus pais Fernando e Ruth pelo amor incondicional, por serem essas pessoas incríveis que me enchem de orgulho e me fazem ter vontade de querer ser cada vez melhor. Agradeço por me darem os ensinamentos necessários para valorizar a oportunidade de continuar meus estudos, por me mostrarem não só com palavras, mas principalmente com exemplos, a necessidade de se ter uma profissão que amamos e a importância de nos dedicarmos a ela. Amo muito vocês e devo tudo que sou a vocês dois!

À minha irmã Tatiane por ser minha grande companheira. Por ter esse jeito meigo que me passou conforto e tranquilidade por tantas vezes durante o andamento do mestrado. É muito reconfortante ter você ao meu lado desde sempre e para sempre. Só quem tem irmãos sabe a importância de ter alguém pra dividir a vida. Amo muito você!

Ao meu namorado Renato por toda a paciência e apoio, por ter entendido minha ausência quando necessária e pela ajuda indispensável na confecção deste trabalho. Obrigada pelo cuidado que sempre tem comigo, pela parceria e companheirismo e principalmente, obrigada por fazer parte da minha vida e aceitar dividir a sua comigo!

Ao meu orientador professor Mário Tanomaru Filho por ser esse grande profissional, me inspirando e motivando cada vez mais como endodontista, pesquisadora e como pessoa. Agradeço pela competência, atenção, responsabilidade e dedicação. Agradeço também pela oportunidade de trabalhar como sua orientada desde a iniciação científica e por ter acreditado no meu potencial para continuar este trabalho. É uma grande honra fazer parte dessa equipe e poder aprender mais todos os dias. Obrigada por fazer com que eu me sinta sempre mais animada e focada para alcançarmos os objetivos que traçamos juntos. Minha eterna gratidão!

À professora Juliane Tanomaru por todo profissionalismo e carinho. Por ter sido sempre muito atenciosa e prestativa quando precisei, além de ter sido uma excelente companheira de congresso em Porto de Galinhas.

À minha co-orientadora Roberta Bosso Martelo pela paciência e dedicação. Por conseguir passar o que sabe com tanta facilidade e por ser firme e doce ao mesmo tempo. Obrigada pela disponibilidade, por todas as dicas e por tudo o que me ensinou e ainda me ensina. Foi tudo muito mais fácil com sua dedicação e apoio.

Aos professores Idomeo Bonetti Filho, Joni Cirelli e Yara Silva Sousa pela contribuição neste trabalho como banca de qualificação e/ou defesa.

Aos professores Fábio Berbert, Gisele Faria e Renato Leonardo por todo o conhecimento compartilhado.

À minha segunda mãe Gisselle por ter me recebido com tanto carinho desde a graduação e ser um dos motivos de me fazer querer continuar na carreira acadêmica. Por ser esse grande exemplo de pessoa e de superação. Obrigada por estar sempre disposta a ajudar, por me aconselhar e apoiar na vida profissional e pessoal. Tenho uma admiração enorme por você e tenho certeza que o seu futuro será (ainda mais) brilhante. Muito obrigada por todos os ensinamentos!

À minha “irmã mais velha” Camila Espir por ter me ajudado em tantos momentos. Por todas as vezes que quebramos a cabeça juntas com o Micro-CT e principalmente por todas as vezes que quebrou a cabeça sozinha e me passou as conclusões de “mão beijada” (risos). Seu humor e parceria deixam qualquer trabalho muito mais agradável. Muito obrigada por todas as palavras e mensagens de incentivo e por todas as risadas cotidianas!

Ao amigo Rodrigo por ter sido minha dupla em todos os trabalhos, clínicas e momentos de descontração. Obrigada pela parceria, pelos conselhos e por ter tornado esses dois anos muito mais divertidos.

Às amigas Aline e Larissa por terem trazido toda energia positiva e todas as delícias culinárias do nordeste para nós. Foi um prazer conhecê-las e dividir meus dias com vocês!

À amiga Gabriela por ter colaborado muito com meu crescimento profissional e pessoal. Obrigada por todos os bons momentos que passamos juntas, por todas as dicas na clínica e também pelas divergências de opiniões que com certeza me fizeram amadurecer para muitas coisas.

À amiga Lauriê por sempre enxergar o lado positivo das coisas e contagiar a todos com seu otimismo.

Aos amigos Wilo, Derik e Kennia por todas as risadas e bons momentos.

Aos demais amigos de pós-graduação Raqueli, Bernardo, Camila, Roberto Ariele, Natália e Tiago por toda a ajuda e apoio.

Aos funcionários da faculdade por facilitarem muito a minha vida e por serem sempre tão prestativos, em especial ao Marinho, Creuza, Alexandre, Cristiano, Renan e Ceres.

A todos os amigos de infância e familiares por fazerem parte da minha vida e dividirem comigo esta conquista.

Um agradecimento especial à Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP) protocolo #2014/16510-0 pelo suporte financeiro concedido.

“Agir, eis a inteligência verdadeira. Serei o que quiser. Mas tenho que querer o que for. O êxito está em ter êxito, e não em ter condições de êxito. Condições de palácio tem qualquer terra larga, mas onde estará o palácio se não o fizerem ali?”

Fernando Pessoa SOARES, B. Livro do Desassossego. Vol.II.

Lisboa: Ática. 1982. 85p.

Torres FFE. Testes convencionais e empregando Micro-CT na avaliação de propriedades físico-químicas de materiais retrobturadores e cimentos endodônticos [Dissertação de Mestrado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2016.

## RESUMO

Materiais endodônticos devem apresentar propriedades físico-químicas segundo ISO e ADA. Novas metodologias empregando Microtomografia Computadorizada (Micro-CT) podem ser utilizadas. Este estudo foi dividido em quatro capítulos: **Capítulo 1:** avaliou MTA Angelus (MTA), Biodentine (BIO) e óxido de zinco e eugenol (OZE) utilizando testes convencionais e com Micro-CT. Solubilidade e alteração dimensional basearam-se em Carvalho-Junior et al. (2007). Capacidade de preenchimento e alteração volumétrica foram avaliadas por Micro-CT. Foram realizados os testes ANOVA e Tukey com 5% de significância. BIO e MTA apresentaram maior estabilidade dimensional. OZE e BIO mostraram maior capacidade de preenchimento. Aos 7 dias a solubilidade foi maior para BIO e a alteração volumétrica foi semelhante para os materiais. Aos 30 dias, a solubilidade foi semelhante para os materiais, porém a alteração volumétrica foi maior para BIO que MTA. BIO apresenta capacidade de preenchimento, porém maior alteração volumétrica. Micro-CT pode complementar testes convencionais. **Capítulo 2:** Nova técnica para avaliação do escoamento foi proposta com Micro-CT. MTA, OZE e BIO foram avaliados segundo ISO 6876/2002 e pela técnica proposta. Placa de vidro com cavidade central e 4 canaletas foi confeccionada. Cada material foi colocado sobre a cavidade central e nova placa de vidro posicionada. O conjunto foi escaneado por meio de Micro-CT. O escoamento foi calculado pela mensuração linear (mm) em cada canaleta. O preenchimento volumétrico central (PVC) em mm<sup>3</sup> foi calculado na cavidade central e o preenchimento volumétrico lateral (PVL) pela média do preenchimento nas canaletas laterais até 2 mm. Os resultados foram submetidos à ANOVA e Tukey, com nível de 5%. OZE foi o material com maior escoamento pela metodologia ISO. Em Micro-CT MTA e OZE apresentaram maior escoamento linear. PVC foi similar para os materiais. Porém, PVL foi maior para Biodentine em relação ao OZE. Conclui-se que MTA e OZE apresentam melhor escoamento linear, MTA e Biodentine melhor preenchimento volumétrico. Micro-CT pode complementar testes convencionais. **Capítulo 3:** Avaliou solubilidade, Fluid uptake e porosidade de MTA, BIO e OZE. A solubilidade foi avaliada baseada em Carvalho-Junior et al. (2007). A porosidade foi avaliada por microscópio e Micro-CT. Foram realizados ANOVA e Tukey, com 5% de significância. Após 7 dias BIO foi o material mais solúvel, enquanto após 30 dias os materiais foram semelhantes. Em microscopia, a porosidade foi maior para MTA e semelhante para BIO e OZE. Em Micro-CT, a porosidade total foi maior para MTA. MTA e BIO mostraram valores semelhantes, maiores que OZE. Maiores valores de fluid uptake foram observados para MTA. A absorção foi semelhante entre os materiais e a solubilidade e porosidade foram maiores para MTA. Conclui-se que MTA apresenta maior porosidade total pela microscopia, Fluid-uptake e Micro-CT no período inicial e os testes utilizados são complementares. **Capítulo 4:** Avaliou alteração dimensional, solubilidade, porosidade e alteração volumétrica de AHPlus, MTA Fillapex e Endofill. Alteração dimensional e solubilidade foram avaliadas segundo Carvalho-Junior et al. (2007). Porosidade e alteração volumétrica utilizaram Micro-CT. Foram realizados os testes ANOVA e Tukey, com nível de 5%. Solubilidade, alteração dimensional, alteração volumétrica e porosidade foram maiores para MTA Fillapex. Micro-CT é uma ferramenta importante para complementar a aperfeiçoar testes convencionais.

**Palavras-chave:** Endodontia. Microtomografia por Raio-X. Propriedades físicas.

Torres FFE. Conventional and Micro-CT tests for assessment of physicochemical properties of root-end filling materials and endodontic sealers [Dissertação de Mestrado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2016.

## ABSTRACT

Endodontic materials have to present physicochemical properties according to ISO and ADA. New methodologies using microcomputed tomography (Micro-CT) can be used. This study was divided into four chapters: **Chapter 1:** evaluated MTA Angelus (MTA), Biodentine (BIO) and zinc oxide and eugenol (ZOE) using conventional and Micro-CT tests. Solubility and dimensional stability based on Carvalho-Junior et al. (2007). Filling ability and volumetric change were evaluated by Micro-CT. ANOVA and Tukey test with 5% significance were performed. BIO and MTA had greater dimensional stability. ZOE and BIO showed greater filling ability. At 7 days solubility was greater for BIO and volumetric change was similar for materials. At 30 days, the solubility was similar to the materials, but the volumetric change was greater for BIO than MTA. BIO presents filling ability, but higher volumetric change. Micro-CT can complement conventional tests. **Chapter 2:** New technique to assess the flow was proposed using Micro-CT. MTA, ZOE and BIO were evaluated according to ISO 6876/2002 and the proposal method. A glass device with a central cavity and four grooves was made. Each material was placed over the central cavity and a new glass device was positioned. The set was scanned by Micro-CT. The flow was calculated by linear measurement (mm) on each groove. The central volumetric filling (CVF) in mm<sup>3</sup> was calculated in the central cavity and the lateral volumetric filling (LVF) was measured by the average filling in the side grooves up to 2 mm. The results were submitted to ANOVA and Tukey, with 5% level. ZOE was the material with higher flow by ISO methodology. Using Micro-CT, MTA and ZOE showed higher linear flow. CVF was similar to materials. However, LVF was higher to Biodentine than ZOE. It is concluded that MTA and ZOE have better linear flow, MTA and Biodentine better volumetric filling. Micro-CT can complement conventional tests. **Chapter 3:** Evaluated solubility, Fluid uptake and porosity of MTA, BIO and ZOE. The solubility was evaluated based on Carvalho-Junior et al. (2007). Porosity was evaluated by microscope and Micro-CT. ANOVA and Tukey were performed, with 5% significance. After 7 days BIO was the most soluble material, while after 30 days the materials were similar. In microscopy, the porosity was higher for MTA and similar to BIO and ZOE. In Micro-CT, total porosity was higher for MTA. MTA and BIO showed similar values greater than ZOE. Higher fluid uptake values were observed for MTA. The absorption was similar between the materials and the porosity and solubility was greater for MTA. In conclusion, MTA has a higher porosity by microscopy, Fluid-uptake and Micro-CT in the initial period and the used tests are complementary. **Chapter 4:** Evaluated dimensional stability, solubility, porosity and volumetric change of AHPlus, MTA Fillapex and Endofill. Dimensional stability and solubility were evaluated according to Carvalho-Junior et al. (2007). Porosity and volumetric change used Micro-CT. The ANOVA and Tukey tests were conducted with the 5% level. Solubility, dimensional change, volume change and porosity were higher for MTA Fillapex. Micro-CT is an important tool to complement and improve conventional tests.

**Key words:** Endodontics. X-Ray Microtomography. Physical properties.

# SUMÁRIO

<b>1 INTRODUÇÃO .....</b>	<b>11</b>
<b>2 PROPOSIÇÃO .....</b>	<b>16</b>
<b>3 PUBLICAÇÃO 1 .....</b>	<b>17</b>
<b>4 PUBLICAÇÃO 2 .....</b>	<b>31</b>
<b>5 PUBLICAÇÃO 3 .....</b>	<b>42</b>
<b>6 PUBLICAÇÃO 4 .....</b>	<b>57</b>
<b>7 CONCLUSÃO .....</b>	<b>72</b>
<b>REFERÊNCIAS .....</b>	<b>73</b>

## 1 INTRODUÇÃO

O selamento do sistema de canais radiculares após a limpeza e instrumentação visa impedir a reinfecção do sistema de canais radiculares (Flores et al.<sup>17</sup>, 2011). O cimento endodôntico tem grande importância no preenchimento de irregularidades do canal radicular, ramificações e deltas apicais (Kontakiotis et al.<sup>25</sup>, 2007).

AH Plus® (Dentsply, DeTrey GmbH, Konstanz, Alemanha) é um cimento à base de resina epóxica que tem sido usado como padrão ouro para comparações com cimentos endodônticos (Garrido et al.<sup>20</sup>, 2010). Análises segundo métodos ISO 6876<sup>23</sup>/ADA<sup>1</sup> demonstram que AH Plus apresenta baixa solubilidade (Amoroso-Silva et al.<sup>2</sup>, 2014; Cañadas et al.<sup>10</sup>, 2014; Borges et al.<sup>8</sup>, 2014; Viapiana et al.<sup>50</sup>, 2014; Barros et al.<sup>6</sup>, 2014; Sonntag et al.<sup>43</sup>, 2015; Schäfer et al.<sup>41</sup>, 2015; Arias-Moliz et al.<sup>4</sup>, 2015) e alteração dimensional (Marin-Bauza et al.<sup>31</sup>, 2010; Zhou et al.<sup>54</sup>, 2013; Barros et al.<sup>6</sup>, 2014), adequado tempo de presa (Amoroso-Silva et al.<sup>2</sup>, 2014; Arias-Moliz et al.<sup>4</sup>, 2015; Sonntag et al.<sup>43</sup>, 2015; Schäfer et al.<sup>41</sup>, 2015), bom escoamento (Amoroso-Silva et al.<sup>2</sup>, 2014; Barros et al.<sup>6</sup>, 2014; Viapiana et al.<sup>50</sup>, 2014; Sonntag et al.<sup>43</sup>, 2015; Arias-Moliz et al.<sup>4</sup>, 2015) e ótima radiopacidade (Borges et al.<sup>8</sup>, 2014; Cañadas et al.<sup>10</sup>, 2014; Viapiana et al.<sup>50</sup>, 2014; Schäfer et al.<sup>41</sup>, 2015).

MTA Fillapex® é um cimento endodôntico à base de MTA (Londrina, PR, Brasil), composto de resina salicilato, resina diluente, óxido de bismuto, nanopartículas de sílica, MTA e pigmentos. O material apresenta biocompatibilidade (Assmann et al.<sup>5</sup>, 2015), entretanto, alta solubilidade é observada para este cimento (Amoroso-Silva et al.<sup>2</sup>, 2014; Viapiana et al.<sup>50</sup>, 2014).

Cimentos à base de óxido de zinco e eugenol foram introduzidos na endodontia por Grossman, em 1936. O Endofill (Dentsply-Mallefer, Dentsply Indústria e Comércio Ltda., Petrópolis, RJ, Brasil) é um cimento à base de óxido de zinco e eugenol baseado na formulação de Grossman. Cimentos à base de óxido de zinco e eugenol apresentam tempo de presa e escoamento aceitáveis (Marín-Bauza et al.<sup>30</sup>, 2012; Weckwerth et al.<sup>51</sup>, 2015), pequena alteração dimensional (Carvalho-Junior et al.<sup>12</sup>, 2003; Garrido et al.<sup>20</sup>, 2010), radiopacidade (Guerreiro-Tanomaru et al.<sup>22</sup>, 2009; Garrido et al.<sup>20</sup>, 2010; Grech et al.<sup>21</sup>, 2013), espessura de filme adequada (Garrido et al.<sup>20</sup>, 2010) além de efeito antimicrobiano (Tanomaru et al.<sup>45</sup>, 2008). Todavia, a solubilidade deste cimento mostra valores acima do recomendado (Carvalho-Junior et al.<sup>12</sup>, 2003; Garrido et al.<sup>20</sup>, 2010).

O Mineral Trióxido Agregado (MTA) é considerado um material ideal para selamento de perfurações, obturação retrógrada, além de outras indicações, como capeamento pulpar e apicificação, por apresentar excelente propriedade biológica e satisfatória propriedade físico-química (Tsurumachi<sup>49</sup>, 2013; Massi et al.<sup>32</sup>, 2011; Nekoofar et al.<sup>35</sup>, 2011). MTA é um biomaterial à base de silicato de cálcio desenvolvido por Torabinejad et al.<sup>47</sup> (1993) para o tratamento de perfurações radiculares e como material retrobturador (Tsurumachi<sup>49</sup>, 2013; Massi et al.<sup>32</sup>, 2011; Nekoofar et al.<sup>35</sup>, 2011; Santos et al.<sup>40</sup>, 2005; Jacobovitz et al.<sup>24</sup>, 2009) que apresenta biocompatibilidade e capacidade de induzir a formação de tecido mineralizado (Tanomaru et al.<sup>45</sup>, 2008, Tanomaru-Filho et al.<sup>46</sup>, 2006).

Biodentine (Septodont, Saint Maur des Fossés, France) é um biomaterial à base de silicato de cálcio com propriedades mecânicas semelhantes à dentina, que pode ser utilizado como um substituto da dentina, e que apresenta indicações similares ao MTA (Laurent et al.<sup>28,29</sup>, 2008, 2012; Zanini et al.<sup>53</sup>, 2012; Raskin et al.<sup>38</sup>, 2012; Tran et al.<sup>48</sup>, 2012; Koubi et al.<sup>26,27</sup>, 2012, 2013). Biodentine consiste de um pó e um líquido. O pó contém principalmente silicato tricálcico e dicálcico ( $3\text{CaO SiO}_2$  e  $2\text{CaO SiO}_2$ ), o principal componente do cimento Portland, bem como carbonato de cálcio ( $\text{CaCO}_3$ ), apresenta também dióxido de zircônio ( $\text{ZrO}_2$ ), que serve como radiopacificador. O líquido é constituído por cloreto de cálcio ( $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ), que é utilizado como um acelerador de presa e agente redutor de água, em solução aquosa com uma mistura de policarboxilato (um agente superplastificante) (Laurent et al.<sup>29</sup>, 2012; Tran et al.<sup>48</sup>, 2012).

Prati e Gandolfi<sup>37</sup> (2015) examinaram o progresso da pesquisa e da investigação sobre cimentos de silicato de cálcio e observaram que tais cimentos apresentam propriedades tais como capacidade de presa e selamento em ambientes úmidos e contaminados com sangue, biocompatibilidade, além de propriedades mecânicas adequadas. A respeito da expansão e capacidade de selamento, os cimentos de silicato de cálcio expandem de 0,2 a 6% do volume inicial, o que contribui para a capacidade de selamento e retenção do material nas paredes do canal (Gandolfi et al.<sup>18</sup>, 2009) e a solubilidade dos mesmos varia aproximadamente de 12 a 38% (Gandolfi et al.<sup>19</sup>, 2015).

Os materiais endodônticos obturadores e retrobturadores devem apresentar propriedades físico-químicas e biológicas adequadas. Normas e testes padronizados de avaliação são definidos pela American Institute / American Dental Association (ADA<sup>1</sup>, 2000) e International Organization for Standardization 6876 (ISO<sup>23</sup>, 2002) que estabelecem

metodologias padrão para análise do tempo de presa, escoamento, espessura de filme, solubilidade, radiopacidade, estabilidade dimensional e resistência à compressão para cimentos.

A porosidade e defeitos micro estruturais de um material podem reduzir a dureza e resistência à tração do material em questão. Esta combinação pode resultar em falhas por meio da formação e subsequente propagação de microfissuras no interior dos materiais (Dieter<sup>15</sup>, 1988). A formação ou não de microfissuras é importante para o fracasso ou sucesso do material obturador ou retrobturador. A porosidade dos materiais endodônticos pode ser avaliada por meio de um porosímetro de intrusão de mercúrio de alta pressão (Antonijevic et al.<sup>3</sup>, 2013), pelo teste de imersão (princípio de Arquimedes, norma ASTM C830), onde as amostras são inicialmente pesadas em condições secas (Wd), molhada após uma hora de imersão em água (Wh) e imersa em água (Wi) e a porosidade aparente da amostra é calculada a partir da massa de água retida nos seus poros abertos, de acordo com a seguinte fórmula: porosidade aparente (%) = [(Wh - Wd) / (Wi - Wd)] x 100 (Barros et al.<sup>6</sup>, 2014) ou por meio de microscopia óptica de luz (Camilleri, Mallia<sup>9</sup>, 2011).

A capacidade de escoamento dos materiais endodônticos é importante para o preenchimento das áreas irregulares de um espaço como o canal radicular ou cavidade retrógrada (Zicari et al.<sup>55</sup>, 2008; Duarte et al.<sup>16</sup>, 2010). O teste de avaliação determinado pela ISO 6876 (ISO<sup>23</sup>, 2002) é realizado por meio da colocação de 0,05 ± 0,005 ml do material no centro de uma placa de vidro. Após 180 ± 5 s deve-se colocar uma segunda placa de vidro, seguido por um peso proporcionando massa total na placa de 120 ± 2 g. Dez minutos após o início da mistura os diâmetros máximo e mínimo do disco de cimento formado é mensurado. Se a diferença de diâmetros for menor que 1 mm, a média dos diâmetros é anotada. Esta estabelece que cimentos endodônticos devem apresentar diâmetro superior a 20 mm de escoamento.

A solubilidade dos cimentos obturadores é uma propriedade importante uma vez que a dissolução do material pode permitir infiltração, comprometendo o sucesso do tratamento (Cavenago et al.,<sup>13</sup> 2014). De acordo com os padrões estabelecidos pela ISO 6876 (ISO<sup>23</sup>,2002) ou ANSI/ADA nº 57 (ADA<sup>1</sup>, 2000), são utilizados corpos de prova com diâmetro interno de 20 ± 1mm e altura de 1,5 ± 0,1 mm e os cimentos devem apresentar valores inferiores a 3% de solubilidade após o período de 24 horas.

A estabilidade dimensional é também uma propriedade físico-química essencial para os materiais endodônticos, visto que a contração pode causar falhas proporcionando infiltração de microrganismos e seus produtos tóxicos, comprometendo o selamento endodôntico (Williamson et al.<sup>52</sup>, 2005). Segundo especificações da ANSI/ADA nº57 (ADA<sup>1</sup>, 2000) e ISO 6876 (ISO<sup>23</sup>, 2002), a alteração dimensional não deve exceder 1,0% em contração ou 0,1% em expansão. O teste utiliza corpos de prova com 12 mm de altura e 6 mm de diâmetro, preenchidos com 2 g de cimento posicionados sobre uma placa de e a parte superior do corpo de prova pressionada com outra placa de vidro. O conjunto é mantido em posição e após 5 minutos transferido para um ambiente com umidade relativa superior a 95% e temperatura de 37°C, por um período 3 vezes maior que o tempo de presa do material. A seguir, os corpos de prova são submetidos a acabamento e polimento e cada corpo de prova é mensurado e posteriormente acondicionado em frascos com água destilada por 30 dias. Após este período de tempo, as amostras são removidas dos recipientes, secas em papel absorvente e novamente medidas.

Meios alternativos são propostos para avaliação da solubilidade e estabilidade dimensional com menores dimensões dos corpos de prova. Carvalho-Junior et al.<sup>11</sup> (2007), propuseram amostras com dimensões menores para estas análises reduzindo o material necessário para o experimento, sem afetar a acurácia do método avaliado. Os autores observaram a correlação entre os resultados dos diferentes grupos e concluíram que a redução do material necessário para confecção das amostras para a avaliação dessas propriedades físico-químicas não afetam a precisão dos métodos testados.

Além disso, novas metodologias como a microtomografia computadorizada podem ser usadas para análise de propriedades físico-químicas de cimentos endodônticos e materiais retrobturadores, dentre elas a alteração dimensional. A microtomografia computadorizada (Micro-CT) foi desenvolvida na década de 80 e tem sido utilizada em pesquisas na área da odontologia (Swain, Xue<sup>44</sup>, 2009). Na Endodontia, Nielsen et al.<sup>36</sup> (1995) e Rhodes et al.<sup>39</sup> (1999) demonstraram o potencial do Micro-CT como ferramenta para estudos in vitro. Eles concluíram que a microtomografia computadorizada é uma técnica reproduzível e não invasiva, pois utiliza o espécime íntegro, apresentando-se como uma ferramenta inovadora para avaliar o sistema de canais radiculares em forma tridimensional (imagem 3D), de forma qualitativa ou quantitativa. A morfologia e preparo do canal radicular também podem ser avaliadas por meio de micro-CT (Swain, Xue<sup>44</sup>, 2009) assim como a qualidade da obturação

de canais radiculares por meio da quantificação (em mm<sup>3</sup>) do volume do canal (Metzger et al.<sup>34</sup>, 2010 e Meder-Cowherd et al.<sup>33</sup>, 2011), da obturação e dos espaços vazios (Somma et al.<sup>42</sup>, 2011).

Como meio alternativo para a análise da solubilidade apresentada para materiais endodônticos, Cavenago et al.<sup>13</sup> (2014) propuseram o uso da microtomografia computadorizada, por meio da quantificação da alteração volumétrica de amostras de MTA em obturações retrógradas após imersão. Os autores observaram maior perda de volume do MTA quando foi utilizado um volume maior de água, concluindo que a proporção pó/água interfere significativamente com as propriedades físico-químicas do MTA.

De Souza et al.<sup>14</sup> (2013) avaliaram por meio de microtomografia computadorizada o grau de porosidade de três cimentos endodônticos à base de silicato (iRoot BP Plus, Biodentine e Ceramicrote) comparados ao MTA Pro Root. Nenhuma diferença estatisticamente significativa na porosidade entre os materiais foi observada. Basturk et al.<sup>7</sup> (2014) avaliaram o efeito de misturas manuais, mecânicas, além do efeito da agitação ultrassônica quanto a resistência à flexão e porosidade do MTA. Um microtomógrafo computadorizado foi usado para determinar a porosidade de cada espécime. Uma correlação negativa foi encontrada entre os valores de resistência flexural e o percentual de porosidade.

A importância do estudo das propriedades físico-químicas de materiais endodônticos e retrobturadores é conhecida. Assim, torna-se pertinente a avaliação de propriedades físico-químicas de materiais correlacionando resultados obtidos por meio de testes padrões usualmente utilizados, com resultados obtidos por testes empregando novas metodologias, como a microtomografia computadorizada.

## 2 PROPOSIÇÃO

**Proposição geral:** Avaliação de propriedades físico-químicas de materiais retrobturadores e cimentos endodônticos por meio de testes convencionais e empregando Micro-CT.

**Proposições específicas:**

**Publicação 1** - avaliar os materiais MTA Angelus, Biodentine e óxido de zinco e eugenol quanto à solubilidade e alteração dimensional por meio de testes convencionais, além de capacidade de preenchimento e alteração volumétrica empregando Micro-CT.

**Publicação 2** – proposta de técnica para avaliação do escoamento de materiais utilizando Micro-CT. MTA Angelus (MTA), Óxido de Zinco e Eugenol (OZE) e Biodentine (BIO) foram avaliados quanto ao escoamento por meio de metodologia padrão (ISO 6876/2002) e técnica proposta utilizando Micro-CT.

**Publicação 3** - avaliar as propriedades de Fluid uptake (captação/absorção de fluido), solubilidade e porosidade dos materiais de silicato de cálcio MTA Angelus Branco (MTA), Biodentine (BIO) e do cimento de óxido de zinco e eugenol (OZE).

**Publicação 4** - avaliar alteração dimensional, solubilidade, porosidade e alteração volumétrica dos cimentos obturadores AHPlus, MTA Fillapex e Endofill utilizando metodologia padrão e Micro-CT.

### 3 PUBLICAÇÃO 1

#### **Novos métodos empregando Micro-CT para avaliação de propriedades físico-químicas e alteração volumétrica de materiais retrobturadores\***

##### **RESUMO**

**Objetivo:** avaliar solubilidade, alteração dimensional, capacidade de preenchimento e alteração volumétrica de materiais retrobturadores utilizando testes convencionais e novos métodos empregando Micro-CT.

**Metodologia:** MTA Angelus (MTA), Biodentine (BIO) e óxido de zinco e eugenol (OZE) foram avaliados quanto à solubilidade (perda de massa) após 7 e 30 dias, e alteração dimensional (mm) baseados em Carvalho-Junior et al. (2007). A capacidade de preenchimento e alteração volumétrica (em mm<sup>3</sup>) foram avaliadas por meio de Micro-CT. Modelos de resina acrílica com cavidades de 3 mm de profundidade e 1 mm de diâmetro foram preenchidas pelos materiais e escaneadas por Micro-CT SkyScan 1176 (Bruker, Kontich, Bélgica) antes e após preenchimento. Depois de 7 e 30 dias mantidas imersas em água destilada foram novamente escaneadas. Os dados foram submetidos aos testes ANOVA e Tukey com 5% de significância.

**Resultados:** BIO e MTA apresentaram maior estabilidade dimensional que OZE ( $p < 0,05$ ). OZE e BIO mostraram maior capacidade de preenchimento da cavidade ( $p < 0,05$ ). Aos 7 dias a solubilidade foi maior para o BIO e a alteração volumétrica foi semelhante para os materiais ( $p > 0,05$ ). Aos 30 dias, a solubilidade foi semelhante para os materiais, porém a alteração volumétrica foi maior para o BIO em relação ao MTA ( $p > 0,05$ ).

**Conclusões:** OZE apresentou maior alteração dimensional e BIO maior solubilidade após 7 dias. BIO apresenta capacidade de preenchimento, porém maior alteração volumétrica que MTA após 30 dias. Micro-CT é uma ferramenta importante para análise de materiais complementando testes convencionais.

\*Artigo nas normas do periódico *International Endodontic Journal*.

## Introdução

MTA apresenta várias indicações incluindo obturação retrógrada (Chen *et al.* 2015). Entretanto, apresenta dificuldade de inserção na cavidade retrógrada em função de sua consistência (Parirokh & Torabinejad 2010). Biodentine é um cimento à base de silicato de cálcio com indicações similares ao MTA (Laurent *et al.* 2008, Laurent *et al.* 2012, Zanini *et al.* 2012, Koubi *et al.* 2013). Consiste de um pó que contém trissilicato de cálcio, carbonato de cálcio e dióxido de zircônio como radiopacificador. O líquido é composto por água, cloreto de cálcio e policarboxilato como agente superplastificante (Laurent *et al.* 2012, Tran *et al.* 2012). Materiais retrobturadores devem apresentar propriedades físico-químicas de acordo com normas e testes padronizados definidos pela American Dental Association (ADA) e International Organization for Standardization (ISO). A solubilidade de materiais retrobturadores é avaliada (Islam *et al.* 2006, Dawood *et al.* 2014, Ceci *et al.* 2015, Singh *et al.* 2015) uma vez que a dissolução do material pode permitir infiltração, comprometendo o sucesso do tratamento (Cavenago *et al.* 2014). De acordo com os padrões estabelecidos pela ISO 6876/2002 ou ANSI/ADA nº 57, amostras padronizadas do material são pesadas em balança de precisão antes e após imersão em água destilada e a perda de massa é expressa em porcentagem da massa original. Os materiais devem apresentar valores inferiores a 3% de solubilidade. Os resultados para os testes de solubilidade de MTA e Biodentine são controversos, com relato de baixa solubilidade para ambos (Ceci *et al.* 2015), e resultados que mostram maior solubilidade para Biodentine (Singh *et al.* 2015, Dawood *et al.* 2014, Kaup *et al.* 2015).

Cimentos endodônticos e materiais retrobturadores devem apresentar estabilidade dimensional para evitar infiltração de microrganismos e seus produtos tóxicos (Ørstavik *et al.* 2001, Williamson *et al.* 2005, Carvalho-Junior *et al.* 2007). Segundo especificações da ANSI/ADA nº57 e ISO 6876, a alteração dimensional é avaliada por meio da mensuração linear (mm) de corpos de prova padronizados antes e após imersão em água destilada por 30 dias. Modificações são propostas para avaliação da solubilidade e estabilidade dimensional com amostras com dimensões reduzidas para estas análises sem afetar a acurácia do método avaliado (Carvalho-Junior *et al.* 2007).

A microtomografia computadorizada (Micro-CT) é uma importante ferramenta, que pode ser usada para análise de propriedades físico-químicas de cimentos endodônticos, devido à sua característica não destrutiva (Gandolfi *et al.* 2013). Cavenago *et al.* (2014) propuseram o uso da microtomografia computadorizada, para quantificar a alteração volumétrica do MTA em obturações retrógradas após imersão em água. Micro-CT também tem sido utilizado para

avaliação de outras propriedades, como a morfologia e preparo do canal radicular (Swain & Xue 2009), qualidade da obturação (Metzger *et al.* 2010, Meder-Cowherd *et al.* 2011, Somma *et al.* 2011) e porosidade (De Souza *et al.* 2013, Basturk *et al.* 2014). A microtomografia computadorizada pode ser usada como complemento aos testes convencionais para materiais endodônticos fornecendo informações sobre preenchimento tridimensional e alterações volumétricas. O objetivo deste estudo foi avaliar as propriedades físico-químicas de materiais retrobturadores (MTA, Biodentine, OZE) por meio de testes padrões e por novos métodos empregando a microtomografia computadorizada.

### **Materiais e Métodos**

Os materiais retrobturadores utilizados foram MTA Angelus (MTA, Angelus, Londrina, Brasil), Biodentine (BIO, Septodont, Saint Maur des Fossés, France) e Óxido de zinco e eugenol (OZE, S.S.White Art. Dent. Ltda., Rio de Janeiro, RJ) (Tabela 1). Os testes de alteração dimensional e solubilidade foram realizados segundo Carvalho-Junior *et al.* (2007). Cavidades em resina com 3 mm de profundidade e 1 mm de diâmetro foram confeccionadas para avaliação da capacidade de preenchimento e alteração volumétrica dos materiais em Micro-CT.

#### *Solubilidade*

O teste de solubilidade foi realizado baseado no estudo de Carvalho-Junior *et al.* (2007). Foram confeccionados corpos de provas medindo 7,75 mm de diâmetro e 1,5 mm de altura (n=5). Cada molde foi preenchido com o cimento a ser avaliado e posicionado sobre lamínula de vidro recoberta por uma película de papel celofane. Um fio de nylon impermeável foi colocado no interior do material e outra placa de vidro, também coberta com uma película de celofane, foi colocada sobre o molde e pressionada manualmente, de tal maneira que as placas tocaram a superfície do molde uniformemente. O conjunto foi armazenado em estufa com temperatura de 37°C e 95% de umidade até a completa presa do material, um período correspondente a três vezes o tempo de presa. Os corpos de prova foram removidos dos moldes, colocados em dessecador a vácuo, e a massa foi mensurada em balança de precisão até obter estabilidade da massa inicial (aproximadamente 7 dias) e foram suspensos por meio da fixação dos fios de nylon no interior de recipientes plásticos com tampa contendo 7,5 ml de água destilada e deionizada, tendo o cuidado de evitar qualquer contato entre o material e a superfície interna do recipiente. Os recipientes permaneceram em estufa a 37°C durante 7 dias, quando os corpos de prova foram removidos da água destilada, lavados com água

destilada e deionizada, secos com papel absorvente e colocados novamente em desumidificador até obter estabilidade da massa final (aproximadamente 7 dias). O teste foi realizado também mantendo os corpos de prova em água destilada por um período de 30 dias. A perda de massa foi expressa em porcentagem da massa original.

#### *Alteração dimensional*

O teste de alteração dimensional foi realizado segundo Carvalho-Junior *et al.* (2007). Oito corpos de prova com 3,58 mm de altura e 3,00 mm de diâmetro foram confeccionados, preenchidos com 2 g de cimento e posicionados sobre uma placa de vidro recoberta por uma película de papel celofane. A seguir a parte superior do corpo de prova foi pressionada com uma nova placa de vidro revestida por outra lâmina de celofane. O conjunto foi mantido em posição utilizando-se um grampo em formato de “c” e após 5 minutos do início da mistura o conjunto foi transferido para um ambiente com umidade relativa superior a 95% e uma temperatura de 37°C, por um período 3 vezes maior que o tempo de presa definido para o material. A seguir, os corpos de prova foram submetidos a acabamento e polimento com lixa d'água de granulação 600, com o objetivo de regularizar a superfície. O comprimento de cada corpo de prova foi mensurado utilizando um paquímetro digital (Mitutoyo, Suzano, SP, Brasil). Na sequência, foram acondicionados individualmente em frascos contendo 2,24 mL de água destilada a 37 °C por 30 dias. Após este período de tempo, os corpos de prova foram removidos dos recipientes, secos em papel absorvente e foram feitas novas leituras da altura. A variação do comprimento do corpo de prova, antes e depois da armazenagem, expressa em porcentagem foi calculada usando a equação:  $L_{30}-L/L \times 100$ , onde  $L_{30}$  é o comprimento da amostra, após 30 dias de armazenamento, e  $L$  é o comprimento inicial da amostra. O teste foi repetido 3 vezes e segundo a ISO, não deve exceder 1,0% de contração ou 0,1% de expansão.

#### *Avaliação da capacidade de preenchimento das cavidades em Micro-CT*

A análise da capacidade de preenchimento dos materiais retrobturadores foi realizada por meio de microtomografia computadorizada (Micro-CT SkyScan 1176, Bruker-microCT, Kontich, Bélgica). Para a realização deste teste, modelos transparentes à base de resina acrílica foram confeccionados a partir de moldes metálicos com cavidades de 3 mm de profundidade e 1 mm de diâmetro. O escaneamento dos modelos foi realizado após preenchimento das cavidades com solução de contraste espessada com óxido de bismuto e propilenoglicol, para análise do total preenchimento das cavidades. Posteriormente, as

cavidades foram limpas e preenchidas, por um único operador treinado, com cada um dos materiais, empregando condensador e novo escaneamento foi realizado. Os parâmetros de escaneamento foram: voltagem de 50 kv, corrente de 500  $\mu$ A, 12.45  $\mu$ m de tamanho de pixels e rotação de 360°. Cada escaneamento consistiu de 721 imagens tif. A partir destas imagens, foi realizada a análise quantitativa das amostras, permitindo o cálculo do volume total do material em  $\text{mm}^3$ .

As reconstruções das imagens foram realizadas no programa *NRecon* (V1.6.4,7; SkyScan, Bélgica), após definição dos parâmetros. As imagens reconstruídas em 3D foram salvas nos planos coronal, sagital e transaxial no programa *Data Viewer*. As imagens reconstruídas em 3D foram analisadas em programa *CTAn* (V1.11.8; SkyScan, Bélgica). O preenchimento foi determinado pelo cálculo do volume total das cavidades preenchidas com a solução de contraste e o percentual de preenchimento após a inserção dos diferentes materiais. Um modelo 3D das cavidades preenchidas foi obtido utilizando o programa *CTVol*.

#### *Alteração volumétrica em Micro-CT*

As cavidades nos modelos de resina acrílica foram preenchidas com cada um dos materiais logo após sua manipulação, e mantidas por três vezes o tempo de presa em estufa a 37°C e em umidade relativa. Os escaneamentos foram realizados logo após o preenchimento e nos períodos de 7 e 30 dias utilizando o microtomógrafo SkyScan 1176 (Bruker-microCT, Kontich, Bélgica), sendo mantidos imersos em água destilada entre esses períodos experimentais. Os parâmetros para o escaneamento foram os mesmos especificados para o teste de capacidade de preenchimento. O volume de preenchimento pelo material retrobturador foi calculado em cada período.

A reconstrução das imagens foi realizada no programa *NRecon* (V1.6.4,7; SkyScan, Bélgica) e a análise das imagens reconstruídas em 3D foi realizada utilizando o programa *CTAn* (V1.11.8; SkyScan, Bélgica). As imagens nos três períodos (inicial, após 7 e 30 dias em água) estão representadas na Figura 2AB.

#### *Análise estatística*

Para todos os testes, os resultados obtidos foram submetidos a um teste de normalidade, e posteriormente submetidos ao teste estatístico paramétrico ANOVA e ao teste de comparações múltiplas de Tukey, com 5% de significância.

## Resultados

BIO e MTA apresentaram maior estabilidade dimensional linear que OZE ( $p < 0,05$ ) (Tabela 2). Aos 7 dias a solubilidade foi maior para BIO, seguido por OZE e menor para o MTA, enquanto após 30 dias, a solubilidade foi semelhante para os materiais (Tabela 2).

OZE e BIO mostraram maior capacidade de preenchimento volumétrico ( $p < 0,05$ ) (Tabela 3). Aos 7 dias a alteração volumétrica foi semelhante para os materiais ( $p > 0,05$ ) e aos 30 dias a alteração volumétrica (contração) foi maior para BIO em relação ao MTA ( $p > 0,05$ ) (Tabela 3 e Figura 1). O preenchimento proporcionado pelo MTA está ilustrado na Figura 2.

## Discussão

A avaliação da solubilidade e alteração dimensional foram realizadas de acordo com Carvalho-Junior *et al.* (2007), com amostras com dimensões menores que as estabelecidas pela ISO 6876/2002 ou ANSI/ADA nº 57. A estabilidade dimensional é realizada por meio de mensuração linear em um único plano, com acurácia de avaliação ( $\pm 1 \mu\text{m}$ ), podendo ser insuficiente para registrar pequenas alterações (Camilleri & Mallia 2011). A solubilidade é avaliada pela diferença de massa, em g, antes e após a imersão em água (Parirokh & Torabinejad 2010), o que também pode ser insuficiente para análise do comportamento volumétrico do material. A solubilidade é avaliada pelas normas ISO após um período de 24 horas. No entanto, períodos maiores de análise são utilizados, variando de 48 horas a 78 dias (Schafer & Zandbiglari 2003, Fridland & Rosado 2005, Ceci *et al.* 2015, Singh *et al.* 2015, Samiei *et al.* 2015). O período de 7 dias tem sido amplamente utilizado (Dawood *et al.* 2014, Shahi *et al.* 2015, Tanomaru-Filho *et al.* 2015, Abbaszadegan *et al.* 2015).

A utilização da microtomografia computadorizada (Micro-CT) no presente estudo possibilitou análise volumétrica (em  $\text{mm}^3$ ) dos materiais, aperfeiçoando o teste convencional de análise alteração dimensional. Ainda, a análise após períodos de imersão em água destilada complementa a avaliação de solubilidade dos materiais, e possibilita maior entendimento do comportamento dimensional e solubilidade dos materiais em períodos maiores que 24 horas. A microtomografia computadorizada é uma técnica não invasiva, muito utilizada na Endodontia (Rhodes *et al.* 1999, El-Ma'aita *et al.* 2012, Gandolfi *et al.* 2013). A aquisição de imagens foi realizada utilizando o microtomógrafo, permitindo a utilização do mesmo espécime em diferentes períodos de análise. Os protocolos desenvolvidos utilizando Micro-CT para avaliação da capacidade de preenchimento dos materiais permitem análise

tridimensional do percentual de preenchimento a partir da cavidade vazia, mostrando que OZE e Biodentine apresentaram maior capacidade de preenchimento ( $p < 0,05$ ). OZE apresentou os maiores índices percentuais de preenchimento, concordando com o estudo de Shetty *et al.* (2015).

Butt *et al.* (2014) avaliaram infiltração para o Biodentine e MTA Angelus e demonstraram os materiais promoverem selamento apical adequado e Biodentine apresentou melhor consistência de manipulação, possivelmente contribuindo para o melhor preenchimento observado no presente estudo. Koubi *et al.* (2012) avaliaram a integridade marginal de restaurações utilizando Biodentine e relataram que o tamanho reduzido das partículas do cimento de silicato de cálcio e pequena expansão do material poderiam contribuir para a sua maior capacidade de preenchimento.

MTA apresentou capacidade de preenchimento inferior aos demais, provavelmente em função de sua consistência fluida que dificulta sua manipulação e inserção na cavidade retrógrada (Butt *et al.* 2014). Quanto à alteração dimensional, apresentou expansão de  $0,48 (\pm 0,23)\%$ , concordando com o estudo de Islam *et al.* (2006), o que pode estar relacionado à sua reação de hidratação (Chang 2012). A solubilização do material observada após 30 dias pode ter ocorrido em função da presença do óxido de bismuto como radiopacificador, que tem mostrado aumentar a porosidade do cimento e sua solubilidade (Coomaraswamy *et al.* 2007, Camilleri 2011). Entretanto, nos testes de alteração volumétrica após 7 e 30 dias, MTA apresentou pequena alteração, o que pode estar relacionado a sua composição à base de Cimento Portland, com uma matriz insolúvel de sílica, que mantém sua integridade mesmo quando em contato com a água (Fridland & Rosado 2003).

Aos 7 dias a solubilidade foi maior para Biodentine e após 30 dias, os materiais apresentaram solubilidade semelhante. Biodentine apresentou maiores valores percentuais, o que pode ter ocorrido em função da presença de policarboxilato em sua composição, um polímero hidrossolúvel utilizado como agente superplastificante que facilita a manipulação e inserção desse cimento. No entanto, apresenta efeito surfactante, podendo aumentar a solubilidade do material (Dawood *et al.* 2014). Esses resultados concordam com estudos prévios, que mostraram valores de solubilidade maiores para Biodentine (Dawood *et al.* 2014, Singh *et al.* 2015, Kaup *et al.* 2015), sugerindo uma correlação entre esta propriedade e a maior perda volumétrica encontrada no presente estudo após 30 dias, concordando com Cavenago *et al.* (2014) que associaram a alteração volumétrica com a solubilidade do MTA. Dawood *et al.* (2014) investigaram as propriedades físicas de Biodentine e MTA Angelus e observaram após 7 dias uma solubilidade maior para Biodentine. Singh *et al.* (2015) compararam a solubilidade

de Biodentine e MTA nos períodos de 24 horas, 3, 10, 30 e 60 dias e demonstraram que Biodentine apresentou maior solubilidade nos períodos de 30 e 60 dias. Kaup *et al.* (2015) avaliaram a solubilidade de Biodentine e MTA ProRoot e observaram que Biodentine apresentou maior solubilidade após um período de 28 dias, mostrando uma perda de massa de 4.610 ( $\pm 1.402$ )%.

### **Conclusão**

OZE apresenta maior alteração dimensional e BIO maior solubilidade após 7 dias. BIO apresenta capacidade de preenchimento de cavidade, porém maior alteração volumétrica que MTA após 30 dias. Os testes propostos com Micro-CT complementam os testes convencionais, possibilitando a obtenção de dados tridimensionais aperfeiçoando os testes preconizados pelas normas ISO e representam métodos padronizados e reproduzíveis.

### **Agradecimentos**

Os autores agradecem a Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo—FAPESP, protocolos #2014/16510-0 e #2015/03437-6 pelo suporte financeiro.

### **Referências**

Abbaszadegan A, Sedigh Shams M, Jamshidi Y, Parashos P, Bagheri R (2015) Effect of calcium chloride on physical properties of calcium-enriched mixture cement. *Australian Endodontic Journal* doi: 10.1111/aej.12101.

American national standards institute/American dental association (ANSI/ADA). Specification no. 57 ADA. Laboratory testing methods: endodontic filling and sealing materials. Endodontic sealing materials. Chicago, USA, 2000.

Basturk FB, Nekoofar MH, Gunday M, Dummer PM (2014) Effect of various mixing and placement techniques on the flexural strength and porosity of mineral trioxide aggregate. *Journal of Endodontics* **40**, 441-5.

Butt N, Talwar S, Chaudhry S, Nawal RR, Yadav S, Bali A (2014) Comparison of physical and mechanical properties of mineral trioxide aggregate and Biodentine. *Indian Journal of Dental Research* **25**,692-7.

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

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

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

Cavenago BC, Pereira TC, Duarte MAH, Ordinola-Zapata R, Marciano MA, Bramante CM, Bernardineli N (2014) Influence of powder-to-water ratio on radiopacity, setting time, pH, calcium ion release and a micro-CT volumetric solubility of white mineral trioxide aggregate. *International Endodontic Journal* **47**, 120-6.

Ceci M, Beltrami R, Chiesa M, Colombo M, Poggio C (2015) Biological and chemical-physical properties of root-end filling materials: A comparative study. *Journal of Conservative Dentistry* **18**, 94-9.

Chang SW (2012) Chemical characteristics of mineral trioxide aggregate and its hydration reaction. *Restorative Dentistry & Endodontics* **37**, 188-93.

Chen I, Karabucak B, Wang C, Wang HG, Koyama E, Kohli MR, Nah HD, Kim S (2015) Healing after root-end microsurgery by using mineral trioxide aggregate and a new calcium silicate-based bioceramic material as root-end filling materials in dogs. *Journal of Endodontics* **41**, 389-99.

Coomaraswamy K, Lumley PJ, Hofmann MP (2007) Effect of Bismuth Oxide Radioopacifier Content on the Material Properties of an Endodontic Portland Cement-based (MTA-like) System. *Journal of Endodontics* **33**, 295-8.

Dawood AE, Manton DJ, Parashos P, Wong RH, Palamara JE, Stanton DP, Reynolds EC (2014) The physical properties and ion release of CPP-ACP-modified calcium silicate-based cements. *Australian Dental Journal* doi: 10.1111/adj.12255.

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

El-Ma'aita AM, Qualtrough AJ, Watts DC (2012) A micro-computed tomography evaluation of mineral trioxide aggregate root canal fillings. *Journal of Endodontics* **38**, 670-2.

Fridland M, Rosado R (2003) Mineral trioxide aggregate (MTA) solubility and porosity with different water-to-powder ratios. *Journal of Endodontics* **29**, 814-7.

Fridland M, Rosado R (2005) MTA solubility: a long term study. *Journal of Endodontics* **31**, 376-9.

Gandolfi MG, Parrilli AP, Fini M, Prati C, Dummer PM (2013) 3D micro-CT analysis of the interface voids associated with Thermafil root fillings used with AH Plus or a flowable MTA sealer. *International Endodontic Journal* **46**, 253-63.

International Organization for Standardization Dentistry (2002). *Root Canal Sealing Materials*. London, UK: British Standards Institution ISO 6876.

Islam I, Chng HK, Yap AU (2006) Comparison of the physical and mechanical properties of MTA and Portland cement. *Journal of Endodontics* **32**, 193-7.

Kaup M, Schäfer E, Dammaschke T (2015) An in vitro study of different material properties of Biodentine compared to ProRoot MTA. *Head & Face Medicine* **2**, 11-6.

Koubi G, Colon P, Franquin JC, Hartmann A, Richard G, Faure MO, Lambert G (2013) Clinical evaluation of the performance and safety of a new dentine substitute, Biodentine, in the restoration of posterior teeth - a prospective study. *Clinical Oral Investigation* **17**, 243-9.

Koubi S, Elmerini H, Koubi G, Tassery H, Camps J (2012) Quantitative evaluation by glucose diffusion of microleakage in aged calcium silicate-based open-sandwich restorations. *International Journal of Dentistry* **2012**, 1058-63.

Laurent P, Camps J, About I (2012) Biodentine(TM) induces TGF-beta1 release from human pulp cells and early dental pulp mineralization. *International Endodontic Journal* **45**, 439-48.

Laurent P, Camps J, De Meo M, Dejoui J, About I (2008) Induction of specific cell responses to a Ca(3)SiO(5)-based posterior restorative material. *Dental Materials* **24**, 1486-94.

Meder-Cowherd L, Williamson AE, Johnson WT, Vasilescu D, Walton R, Qian F (2011) Apical morphology of the palatal roots of maxillary molars by using micro-computed tomography. *Journal of Endodontics* **37**, 1162-5.

Metzger Z, Zary R, Cohen R, Teperovich E, Paque F (2010) The quality of root canal preparation and root canal obturation in canals treated with rotary versus self-adjusting files: a three-dimensional micro-computed tomographic study. *Journal of Endodontics* **3**, 1569-73.

Ørstavik D, Nordahl I, Tibballs JE (2001) Dimensional change following setting of root canal sealer materials. *Dental Materials* **17**, 512-9.

Parirokh M, Torabinejad M (2010) Mineral trioxide aggregate: a comprehensive literature review--Part III: Clinical applications, drawbacks, and mechanism of action. *Journal of Endodontics* **36**, 400-13.

Rhodes JS, Ford TR, Lynch JA, Liepins PJ, Curtis RV (1999) Micro-computed tomography: a new tool for experimental endodontology. *International Endodontic Journal* **32**, 165-70.

Samiei M, Shahi S, Aslaminabadi N, Valizadeh H, Aghazadeh Z, Pakdel SM (2015) A new simulated plasma for assessing the solubility of mineral trioxide aggregate. *Iranian Endodontic Journal* **10**, 30-4.

Schafer E, Zandbiglari T (2003) Solubility of root-canal sealers in water and artificial saliva. *International Endodontic Journal* **36**, 660-9.

Shahi S, Ghasemi N, Rahimi S et al (2015) The Effect of Different Mixing Methods on the pH and Solubility of Mineral Trioxide Aggregate and Calcium-Enriched Mixture. *Iranian Endodontic Journal* **10**, 140-3.

Shetty V, Hegde P, Chauhan RS, Chaurasia VR, Sharma AM, Taranath M (2015) A spectrophotometric comparative evaluation of apical sealing ability of three different sealers; calcium

hydroxide based, resin based and zinc oxide eugenol based sealers. *Journal of International Oral Health* **7**, 25-7.

Singh S, Podar R, Dadu S, Kulkarni G, Purba R (2015) Solubility of a new calcium silicate-based root-end filling material. *Journal of Conservative Dentistry* **18**, 149-53.

Somma F, Cretella G, Carotenuto M, Pecci R, Bedini R, De Biasi M, et al (2011) Quality of thermoplasticized and single point root fillings assessed by micro-computed tomography. *International Endodontic Journal* **44**, 362-9.

Swain MV, Xue J. State of the art of Micro-CT applications in dental research (2009) *International Journal of Oral Science* **1**, 177-88.

Tanomaru-Filho M, Garcia AC, Bosso-Martelo R, Berbert FL, Nunes Reis JM, Guerreiro-Tanomaru JM (2015) Influence of addition of calcium oxide on physicochemical properties of Portland cement with zirconium or niobium oxide. *Journal of Conservative Dentistry* **18**, 105-8.

Tran XV, Gorin C, Willig C, Baroukh B, Pellat B, Decup F, et al. (2012) Effect of a calcium-silicate-based restorative cement on pulp repair. *Journal of Dental Research* **91**, 1166-71.

Williamson AE, Dawson DV, Drake DR, Walton RE, Rivera EM (2005) Effect of root canal filling/sealer systems on apical endotoxin penetration: a coronal leakage evaluation. *Journal of Endodontics* **31**, 599-604.

Zanini M, Sautier JM, Berdal A, Simon S (2012) Biodentine induces immortalized murine pulp cell differentiation into odontoblast-like cells and stimulates biomineralization. *Journal of Endodontics* **38**, 1220-6.

## Tabelas

**Tabela 1** Materiais retrobturadores, fabricante e proporções usadas

<b>Grupo</b>	<b>Fabricante</b>	
<b>1</b>	MTA Ângelus	MTA, Angelus, Londrina, Brasil Proporção: 1 g pó: 0,33 mL água destilada
<b>2</b>	Biodentine	Septodont, Saint Maur des Fossés, France Proporção: 1 g pó: 6 gotas líquido
<b>3</b>	Óxido de zinco e eugenol	S.S.White Art. Dent. Ltda., Rio de Janeiro, RJ Proporção: 1g óxido de zinco: 0,2 mL eugenol

**Tabela 2** Média e desvio padrão dos resultados (%) de alteração dimensional e solubilidade dos materiais retrobturadores avaliados

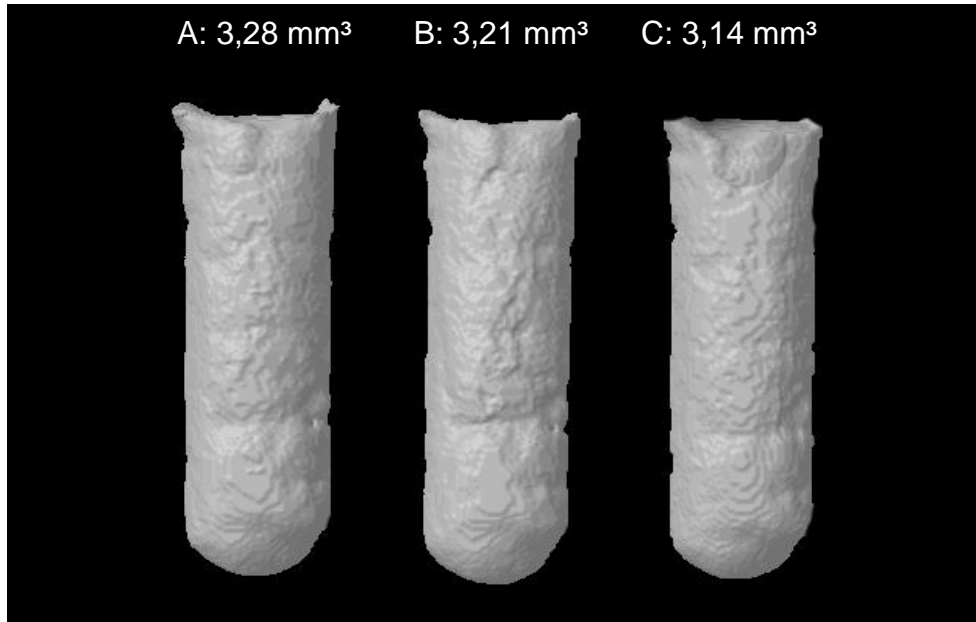
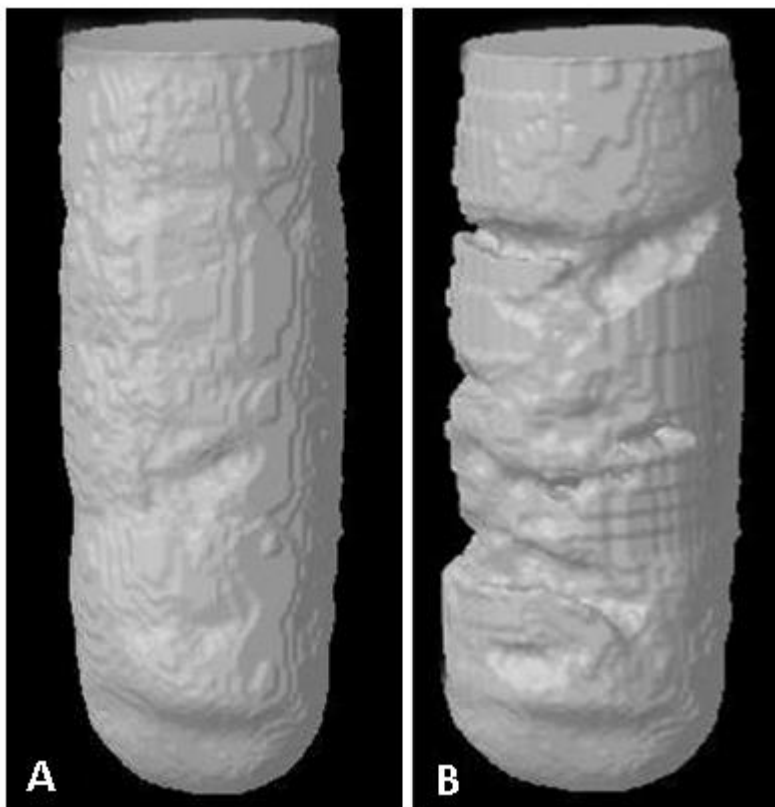
<b>Grupos/Testes</b>	<b>MTA</b>	<b>BIO</b>	<b>OZE</b>
<b>Alteração dimensional</b>	0,48 ( $\pm 0,23$ ) <sup>b</sup>	0,31 ( $\pm 0,23$ ) <sup>b</sup>	-0,99 ( $\pm 0,15$ ) <sup>a</sup>
<b>Solubilidade 7 dias</b>	1,62 ( $\pm 0,46$ ) <sup>c</sup>	-6,82 ( $\pm 0,35$ ) <sup>a</sup>	-3,24 ( $\pm 0,29$ ) <sup>b</sup>
<b>Solubilidade 30 dias</b>	-4,66 ( $\pm 2,26$ ) <sup>a</sup>	-6,56 ( $\pm 1,97$ ) <sup>a</sup>	-4,45 ( $\pm 0,36$ ) <sup>a</sup>

<sup>a,b,c</sup>Letras diferentes indicam diferença estatística significativa entre os grupos experimentais ( $p < 0,05$ ).

**Tabela 3** Média e desvio padrão dos resultados de capacidade de preenchimento (%) e alteração volumétrica (mm<sup>3</sup>) dos materiais retrobturadores avaliados por meio de Micro-CT

<b>Grupos</b>	<b>MTA</b>	<b>BIO</b>	<b>OZE</b>
<b>Capacidade de preenchimento</b>	89,12 ( $\pm 3,27$ ) <sup>b</sup>	94,22 ( $\pm 3,93$ ) <sup>a</sup>	96,83 ( $\pm 3,21$ ) <sup>a</sup>
<b>Alteração volumétrica 7 dias</b>	-1,84 ( $\pm 0,62$ ) <sup>a</sup>	-1,91 ( $\pm 0,53$ ) <sup>a</sup>	-1,28 ( $\pm 0,58$ ) <sup>a</sup>
<b>Alteração volumétrica 30 dias</b>	-2,53 ( $\pm 0,33$ ) <sup>b</sup>	-4,24 ( $\pm 0,74$ ) <sup>a</sup>	-3,69 ( $\pm 1,32$ ) <sup>a,b</sup>

<sup>a,b,c</sup>Letras diferentes indicam diferença estatística significativa entre os grupos experimentais ( $p < 0,05$ ).

**Figuras****Figura 1****Figura 2**

### **Legendas das figuras**

**Figura 1** Modelo 3D confeccionado no programa *CTVol* representando a cavidade preenchida por Biodentine nos períodos (a) inicial, após (b) 7 e (c) 30 dias de imersão em água destilada, respectivamente, com os valores de preenchimento volumétrico em mm<sup>3</sup>.

**Figura 2** Modelo 3D confeccionado no programa *CTVol* representando a cavidade preenchida com a solução de contraste (a- 100% de preenchimento) e com MTA (b), ilustrando falhas no preenchimento.

## 4 PUBLICAÇÃO 2

### Proposta de técnica utilizando Micro-CT para avaliação do escoamento de materiais endodônticos\*

#### Resumo

**Introdução:** Escoamento e preenchimento são propriedades importantes para materiais endodônticos. O objetivo deste estudo foi propor nova técnica para avaliação do escoamento por meio de Micro-CT. **Métodos:** Placa de vidro com uma cavidade central e 4 canaletas nos sentidos horizontal e vertical foi confeccionada. MTA Angelus (MTA), Óxido de Zinco e Eugenol (OZE) e Biodentine (BIO) foram avaliados quanto ao escoamento por meio de metodologia ISO 6876/2002 e técnica proposta.  $0,05 \pm 0,005$  ml de cada material foi colocado sobre a cavidade central, e nova placa de vidro com placa de metal foram posicionados com massa total de 120 g. O conjunto placa/material foi escaneado por meio de Micro-CT. O escoamento foi calculado pela mensuração linear (mm) do material nas canaletas. O preenchimento volumétrico central (PVC) em  $\text{mm}^3$  foi calculado na cavidade central. O preenchimento volumétrico lateral (PVL) foi mensurado pela média de preenchimento das canaletas laterais até 2 mm da cavidade central. Os resultados foram submetidos à análise de variância e teste de Tukey, com nível de significância 5%. **Resultados:** OZE foi o material com maior escoamento pela metodologia ISO ( $P < .05$ ). A análise em Micro-CT demonstrou que MTA e OZE apresentaram maior escoamento linear nas canaletas. PVC foi similar para os materiais. Porém, o PVL foi maior para Biodentine em relação ao OZE. **Conclusões:** Conclui-se que embora MTA e OZE apresentem melhor escoamento linear, MTA e Biodentine mostram melhor preenchimento volumétrico. Micro-CT pode complementar testes convencionais e os métodos propostos podem aperfeiçoar a análise de escoamento.

#### Palavras-chave

Endodontia, propriedades físicas, microtomografia por Raio-X.

\*Artigo nas normas do periódico *Journal of Endodontics*

## Introdução

A capacidade de escoamento dos materiais endodônticos é importante para o preenchimento do sistema de canais radiculares ou cavidade retrógrada (1, 2). O escoamento de cimentos endodônticos é avaliado segundo a ISO 6876/2002 (3) por meio da colocação do material entre placas de vidro e mensuração do diâmetro do material. Cimentos endodônticos devem apresentar diâmetro superior a 20 µm de escoamento. Entretanto, não existem normas específicas para avaliação de materiais retrobturadores ou reparadores (4, 5, 6, 7). Ainda, a metodologia proposta pela ISO (3) por meio de medidas lineares não apresenta correlação com a capacidade de preenchimento dos materiais, que poderia ser obtida por meio de medidas volumétricas empregando Micro-CT. Desta forma, a microtomografia computadorizada tem sido usada como ferramenta para avaliação do preenchimento de canais utilizando diferentes técnicas e materiais (8, 9, 10, 11, 12).

Somma et al (8) utilizaram Micro-CT para comparar o preenchimento proporcionado pelas técnicas Thermafil, System B e cone único e os autores não observaram diferença entre os grupos. Moeller et al (9) compararam a presença de vazios em canais preenchidos com diferentes técnicas por meio de Micro-CT. Kelles et al (11) avaliaram o volume de preenchimento e vazios empregando Micro-CT em canais ovais obturados com condensação lateral a frio e compactação aquecida. Celikten et al (12) compararam em Micro-CT a qualidade de três técnicas de obturação (cone único, condensação lateral e Thermafill) com relação à ocorrência de vazios e área de preenchimento.

O preenchimento adequado proporcionado pelos materiais endodônticos é fundamental para o sucesso do tratamento (13). Mineral Trióxido Agregado (MTA) é um biomaterial à base de silicato de cálcio indicado para o tratamento de perfurações radiculares e como material retrobturador (14, 15, 16, 17, 18). MTA apresenta biocompatibilidade e capacidade de induzir a formação de tecido mineralizado (19, 20). MTA demonstra dificuldade para inserção em cavidades em função da consistência (4, 21).

Biodentine (Septodont, Saint Maur des Fossés, France) é um cimento reparador à base de silicato de cálcio com indicações similares ao MTA (22, 23, 24, 25, 26, 27). Biodentine apresenta melhor consistência que o MTA (28) favorecendo o preenchimento de cavidades.

O objetivo deste estudo foi propor nova técnica para avaliação do escoamento de materiais endodônticos utilizando Micro-CT, em comparação com a técnica convencional preconizada pela ISO (3).

## Materiais e Métodos

Os materiais utilizados foram MTA Angelus (MTA, Angelus, Londrina, Brasil), Biodentine (BIO, Septodont, Saint Maur des Fossés, France) e Óxido de zinco e eugenol (OZE, S.S.White Art. Dent. Ltda., Rio de Janeiro, RJ) (Tabela 1).

**TABELA 1.** Materiais retrobturadores, fabricante e proporções usadas

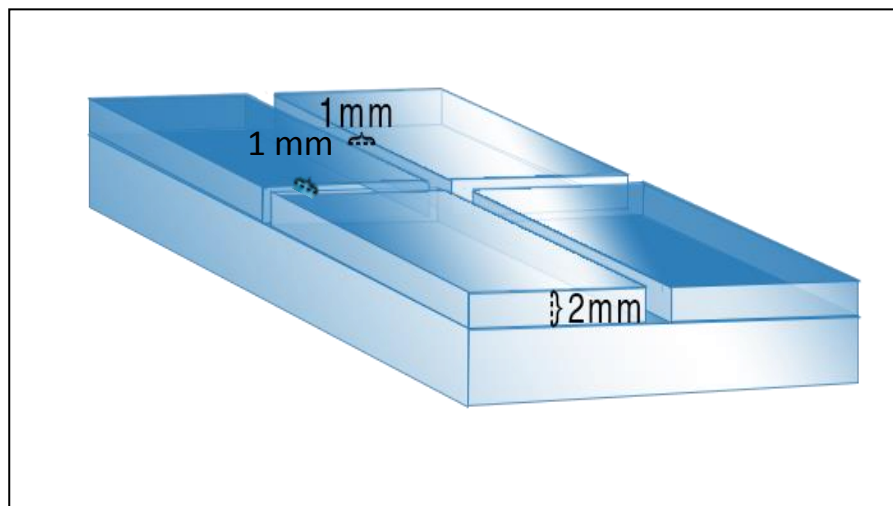
<b>Materiais</b>	<b>Fabricante</b>
MTA Ângelus	MTA, Angelus, Londrina, Brasil Proporção: 1 g pó: 0,33 mL água destilada
Biodentine	Septodont, Saint Maur des Fossés, France Proporção: 1 g pó: 6 gotas líquido
Óxido de zinco e eugenol	S.S.White Art. Dent. Ltda., Rio de Janeiro, RJ Proporção: 1g óxido de zinco: 0,2 mL eugenol

### Escoamento

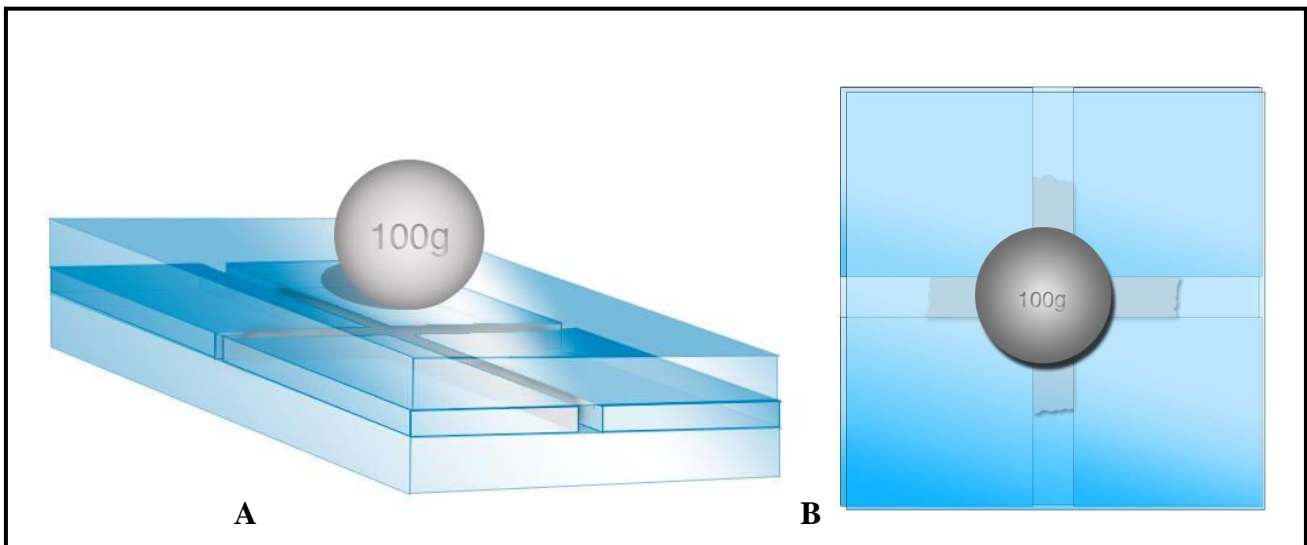
O escoamento foi avaliado de acordo com a norma ISO 6876/2002 (3). Após a manipulação do cimento, 0,05 mL do material foi colocado no centro de uma placa de vidro por meio de seringa graduada (n=10). Após  $180 \pm 5$  segundos do início da manipulação, outra placa de vidro (20 g) foi posicionada sobre a placa com o cimento e foi adicionado um peso de 100 gramas sobre a placa superior, mantido por 10 minutos. Após este período, os diâmetros máximo e mínimo do material sobre a placa foi medido. Quando ocorria diferença entre os diâmetros inferior a 1 mm, a média era usada para o teste. Para uma segunda avaliação o material sobre a placa foi fotografado ao lado de uma régua milimetrada. As imagens obtidas foram avaliadas utilizando a ferramenta Image Tool versão 3.0, para obtenção da área de escoamento do material expressa em mm<sup>2</sup>, de acordo com Tanomaru-Filho et al (29).

### Técnica proposta para análise do escoamento por meio do Micro-CT

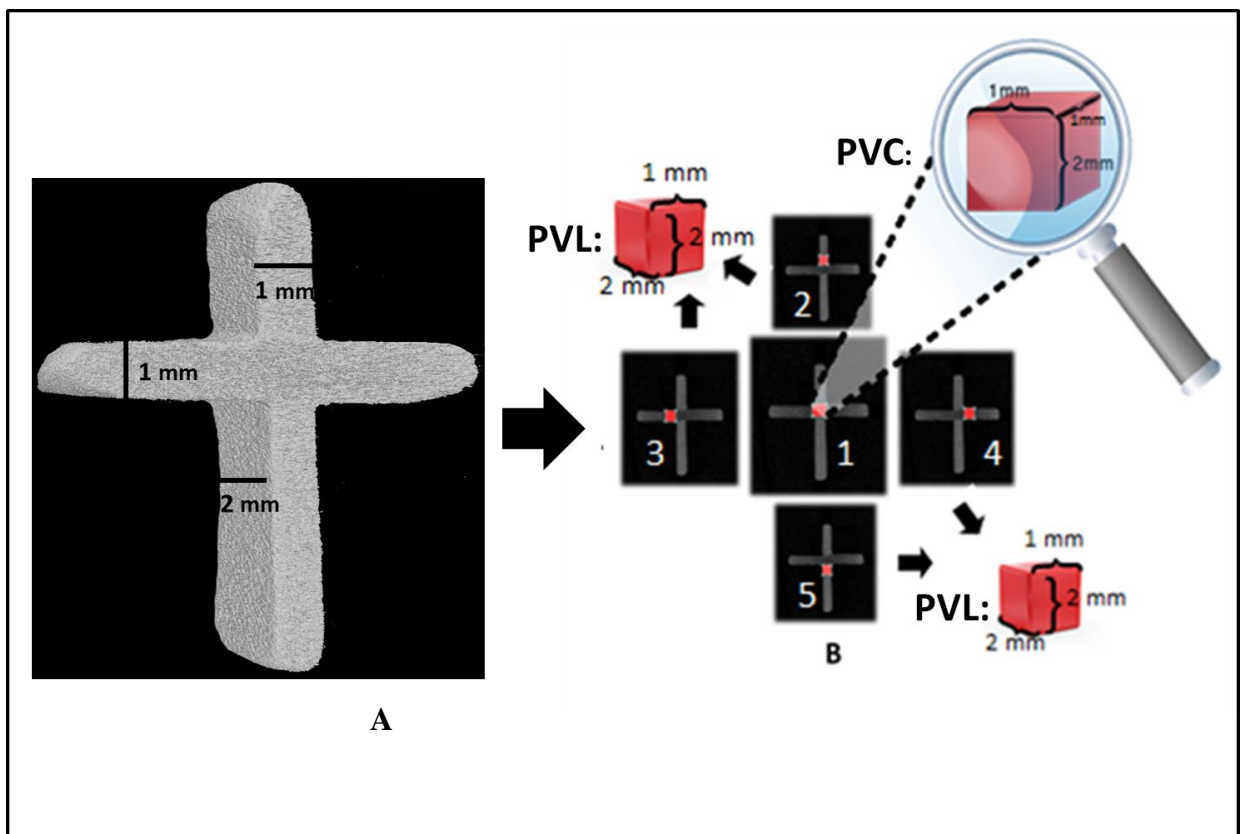
Foi confeccionada placa de vidro com uma cavidade central (1x1x2 mm, comprimento, largura e altura). A partir desta cavidade 4 canaletas foram confeccionadas nos sentidos horizontal e vertical com as mesmas medidas e estendendo-se por 12 mm para os 4 lados (Figura 1). Foram colocados  $0,05 \pm 0,005$  ml de cada material sobre a cavidade central e sobre eles nova placa de vidro (20 g) e metal (100 g) com massa total de 120 g (Figura 2AB). A avaliação foi realizada em Micro-CT com relação à mensuração do escoamento linear (mm) do material em cada lado da canaleta (horizontal e vertical). A média das 4 medidas foi considerada como escoamento linear para cada avaliação. O preenchimento em volume ( $\text{mm}^3$ ) dos materiais na área central (1x1x2 mm, comprimento, largura e altura) foi determinado como Preenchimento Volumétrico Central (PVC). O preenchimento em volume ( $\text{mm}^3$ ) dos materiais nas áreas lateral até 2 mm para cada lado a partir da cavidade central foi determinado. A médias dos 4 valores foi considerado Preenchimento Volumétrico Lateral (PVL) para cada análise (Figura 3AB).



**Figura 1.** Representação de modelo da placa de vidro com canaletas proposto para avaliação do escoamento dos materiais em Micro-CT.



**Figura 2AB.** 2A: Visão lateral do conjunto formado pelas placas de vidro, cimento endodôntico e placa de metal. 2B: Visão superior do conjunto formado pelas placas de vidro, cimento endodôntico e placa de metal.



**Figura 3AB.** 3A: Modelo de material após escoamento no interior das canaletas, reconstruído em 3D no programa *CTVol* e 3B: ilustração da avaliação do preenchimento na área central (1=PVC) e nas áreas laterais (2, 3, 4 e 5=PVL) 2 mm para cada lado a partir da área central no programa *CTAn*.

## Análise estatística

Os resultados obtidos foram submetidos a um teste de normalidade, e posteriormente submetidos ao teste estatístico paramétrico ANOVA e ao teste de comparações múltiplas de Tukey, com 5% de significância.

## Resultados

### Escoamento por meio de testes convencionais

Os resultados para o teste de escoamento linear (mm) e em área (mm<sup>2</sup>) estão representados na Tabela 2. OZE foi o material com maior escoamento linear e em mm<sup>2</sup> ( $P < .05$ ).

**TABELA 2-** Média e desvio padrão dos resultados de escoamento dos materiais retrobturadores avaliados de acordo com a norma ISO 6876/2002

Testes/Materiais	MTA	BIO	OZE
Escoamento (mm)	6,29 ( $\pm 0,41$ ) <sup>b</sup>	6,51 ( $\pm 0,60$ ) <sup>b</sup>	9,01 ( $\pm 0,69$ ) <sup>a</sup>
Escoamento (área-mm <sup>2</sup> )	31,34 ( $\pm 4,99$ ) <sup>b</sup>	42,93 ( $\pm 7,54$ ) <sup>b</sup>	73,01 ( $\pm 20,74$ ) <sup>a</sup>

<sup>a,b</sup>Letras diferentes indicam diferença estatística significativa entre os grupos experimentais ( $P < .05$ ).

### Escoamento por meio de Micro-CT

Os resultados do teste de escoamento em Micro-CT estão representados na Tabela 3. MTA e OZE apresentaram maior escoamento linear ( $P < .05$ ). O preenchimento volumétrico da cavidade central foi similar para os materiais ( $P > .05$ ). Porém, o volume de preenchimento no sentido lateral foi maior para Biodentine em relação ao OZE ( $P < .05$ ).

**TABELA 3-** Média e desvio padrão dos resultados de escoamento dos materiais retrobturadores avaliados por meio de Micro-CT

Testes/Materiais	MTA	BIO	OZE
Escoamento (mm)	10,14 ( $\pm 2,37$ ) <sup>b</sup>	7,25 ( $\pm 1,14$ ) <sup>c</sup>	11,51 ( $\pm 1,15$ ) <sup>a,b</sup>
Preenchimento volumétrico central (mm <sup>3</sup> )	1,58 ( $\pm 0,16$ ) <sup>a</sup>	1,62 ( $\pm 0,13$ ) <sup>a</sup>	1,52 ( $\pm 0,15$ ) <sup>a</sup>
Preenchimento volumétrico lateral (mm <sup>3</sup> )	1,42 ( $\pm 0,14$ ) <sup>a,b</sup>	1,50 ( $\pm 0,13$ ) <sup>a</sup>	1,37 ( $\pm 0,12$ ) <sup>b</sup>

<sup>a,b,c</sup>Letras diferentes indicam diferença estatística significativa entre os grupos experimentais ( $P < .05$ ).

### Discussão

Além dos testes convencionais de análise de escoamento, este estudo descreve nova técnica para avaliação do escoamento por meio do uso do Micro-CT. O volume (mm<sup>3</sup>), em imagens de Micro-CT foi calculado para análise do preenchimento volumétrico central (PVC) e preenchimento volumétrico lateral até 2 mm para cada lado a partir da área central (PVL). Esta análise permite a avaliação da capacidade de preenchimento do espaço central após posicionamento do material e de sua capacidade de escoamento lateral preenchendo as áreas laterais. Desta forma, estes dados volumétricos correspondem à capacidade do material preencher um espaço central além de escoar para espaços laterais, característica importante para um cimento endodôntico ou material retrobturador. Ainda, o dispositivo proposto permite a padronização da quantidade de material e pressão sobre o material durante o teste de escoamento, de maneira similar às propostas pelas normas ISO (3).

O escoamento de materiais retrobturadores pode favorecer o preenchimento e selamento (7). O escoamento observado para MTA Angelus está de acordo com Tanomaru-Filho et al (7) empregando metodologia convencional e Camilleri (5) avaliando o MTA Pro Root branco pela norma ISO 6876/2002 (3). Estrela et al (21) observaram baixo escoamento do MTA e curto tempo de trabalho, o que justifica que o material não seja indicado como cimento obturador dos canais radiculares (6). Gharib et al (4) descrevem que o MTA não apresenta bom escoamento.

O teste convencional demonstra que OZE apresenta maior escoamento linear e em  $\text{mm}^2$ . No entanto, a avaliação em Micro-CT aponta MTA e OZE com maior escoamento linear ( $P < .05$ ). Ainda, o preenchimento volumétrico da cavidade central foi similar para os materiais ( $P > .05$ ). Por outro lado, o volume de preenchimento no sentido lateral foi maior para Biodentine em relação ao OZE ( $P < .05$ ). A partir desses resultados sugere-se que a capacidade de escoamento pelos testes convencionais não apresenta correlação direta com a capacidade de preenchimento do material, especialmente de escoamento no sentido lateral.

A associação entre escoamento e capacidade de penetração em áreas de difícil acesso é usualmente descrita (30, 31). No entanto, Almeida et al (32) avaliaram o escoamento por meio da norma ISO 6876/2002 (3) e capacidade de preenchimento de canais laterais após obturação com diferentes cimentos obturadores. Os autores afirmaram que apesar dos materiais Endométhasone e Sealapex apresentarem escoamento abaixo da especificação ISO 6876 (3), promoveram altos percentuais de preenchimento, sugerindo que o escoamento e capacidade de preenchimento podem não estar diretamente correlacionados, o que concorda com resultados do presente estudo.

Butt et al (28) observaram que Biodentine e MTA-Angelus promoveram selamento apical adequado. Porém, Biodentine apresentou maior consistência após manipulação, possivelmente contribuindo para o melhor preenchimento volumétrico observado no presente estudo. Koubi et al (33) avaliaram a integridade marginal de restaurações utilizando Biodentine e relataram tamanho reduzido das partículas do cimento e pequena expansão do material, que também poderiam contribuir para a capacidade de preenchimento do material.

Os resultados das diferentes análises sugerem que escoamento e preenchimento não são diretamente proporcionais, visto que um material que apresenta uma grande capacidade de escoar linearmente não necessariamente irá proporcionar preenchimento de espaço adequadamente. Além disso, a análise por meio de Micro-CT fornece dados volumétricos, que favorecem a análise criteriosa desta propriedade, importante para a escolha de materiais obturadores.

Este estudo concluiu que embora MTA e OZE apresentem melhor escoamento linear, MTA e Biodentine demonstram melhor preenchimento volumétrico. Micro-CT é uma ferramenta importante para análise de materiais complementando testes convencionais e o método proposto pode aperfeiçoar a análise do escoamento.

### Referências

1. Zicari F, Couthino E, De Munck J, Poitevin A, Scotti R, Naert I, Van Meerbeek B. Bonding effectiveness and sealing ability of fiber-post bonding. *Dent Mater* 2008;24:967-77.
2. Duarte MA, Ordinola-Zapata R, Bernardes RA, Bramante CM, Bernardineli N, Garcia RB, de Moraes IG. Influence of calcium hydroxide association on the physical properties of AH Plus. *J Endod* 2010;36:1048-51.
3. International Organization for Standardization Dentistry (ISO). ISO 6876. Root canal sealing materials. British Standards Institution. London, UK, 2001
4. Gharib SR, Tordik PA, Imamura GM, Baginski TA, Goodell GG. A confocal laser scanning microscope investigation of the epiphany obturation system. *J Endod* 2007;33:957-61.
5. Camilleri J. Evaluation of selected properties of mineral trioxide aggregate sealer cement. *J Endod* 2009;35:1412-7.
6. Canadas PS, Berastegui E, Gatón-Hernandez P, Silva LA, Leite GA, Silva RS. Physicochemical properties and interfacial adaptation of root canal sealers. *Braz Dent J* 2014;25:435-41.
7. Tanomaru-Filho M, Garcia AC, Bosso-Martelo R, Berbert FL, Nunes Reis JM, Guerreiro-Tanomaru JM. Influence of addition of calcium oxide on physicochemical properties of Portland cement with zirconium or niobium oxide. *J Conserv Dent* 2015;18:105-8.
8. Somma F, Cretella G, Carotenuto M, Pecci R, Bedini R, De Biasi M, et al. Quality of thermoplasticized and single point root fillings assessed by micro-computed tomography. *Int Endod J* 2011;44:362-9.
9. Moeller L, Wenzel A, Wegge-Larsen AM, Ding M, Kirkevang LL. Quality of root fillings performed with two root filling techniques. An in vitro study using micro-CT. *Acta Odontol Scand* 2013;71:689-96.

10. Naseri M, Kangarlou A, Khavid A, Goodini M. Evaluation of the quality of four root canal obturation techniques using micro-computed tomography. *Iran Endod J* 2013;8:89-93.
11. Keleş A, Alcin H, Kamalak A, Versiani MA. Micro-CT evaluation of root filling quality in oval-shaped canals. *Int Endod J* 2014;47:1177-84.
12. Celikten B, F Uzuntas C, I Orhan A, Tufenkci P, Misirli M, O Demiralp K, Orhan K. Micro-CT assessment of the sealing ability of three root canal filling techniques. *J Oral Sci* 2015;57:361-6.
13. Simons J, Ibanez B, Friedman S, Trope M. Leakage after lateral condensation with finger spreaders and D-11-T spreaders. *J Endod* 1991;17:101-4.
14. Tsurumachi T. Current strategy for successful periradicular surgery. *J Oral Sci* 2013;55:267-73.
15. Massi S, Tanomaru-Filho M, Silva GF, Duarte MA, Grizzo LT, Buzalaf MA, Guerreiro-Tanomaru JM. pH, calcium ion release, and setting time of an experimental mineral trioxide aggregate-based root canal sealer. *J Endod* 2011;37:844-6.
16. Nekoofar MH, Davies TE, Stone D, Basturk FB, Dummer PM. Microstructure and chemical analysis of blood-contaminated mineral trioxide aggregate. *Int Endod J* 2011;44:1011-8.
17. Santos AD, Moraes JC, Araujo EB, Yukimitu K, Valerio Filho WV. Physico-chemical properties of MTA and a novel experimental cement. *Int Endod J* 2005;38:443-7.
18. Jacobovitz M, Vianna ME, Pandolfelli VC, Oliveira IR, Rossetto HL, Gomes BP. Root canal filling with cements based on mineral aggregates: an in vitro analysis of bacterial microleakage. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod* 2009;108:140-4.
19. Tanomaru JM, Tanomaru-Filho M, Hotta J, Watanabe E, Ito IY. Antimicrobial activity of endodontic sealers based on calcium hydroxide and MTA. *Acta Odontol Latinoam* 2008;21:147-51.
20. Tanomaru-Filho M, Luis MR, Leonardo MR, Tanomaru JM, Silva LA. Evaluation of periapical repair following retrograde filling with different root-end filling materials in dog teeth with periapical lesions. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod* 2006;102:127-32.
21. Estrela C, Holland R, Estrela CR, Alencar AH, Sousa-Neto MD, Pecora JD. Characterization of successful root canal treatment. *Braz Dent J* 2014;25:3-11.
22. Laurent P, Camps J, De Meo M, Dejou J, About I. Induction of specific cell responses to a Ca(3)SiO(5)-based posterior restorative material. *Dent Mater* 2008;24:1486-94.

23. Laurent P, Camps J, About I. Biodentine(TM) induces TGF-beta1 release from human pulp cells and early dental pulp mineralization. *Int Endod J* 2012;45:439-48.
24. Zanini M, Sautier JM, Berdal A, Simon S. Biodentine induces immortalized murine pulp cell differentiation into odontoblast-like cells and stimulates biomineralization. *J Endod* 2012;38:1220-6.
25. Raskin A, Eschrich G, Dejou J, About I. In vitro microleakage of Biodentine as a dentin substitute compared to Fuji II LC in cervical lining restorations. *J Adhes Dent* 2012;14:535-42.
26. Koubi G, Colon P, Franquin JC, Hartmann A, Richard G, Faure MO, Lambert G. Clinical evaluation of the performance and safety of a new dentine substitute, Biodentine, in the restoration of posterior teeth - a prospective study. *Clin Oral Investig* 2013;17:243-9.
27. Tran XV, Gorin C, Willig C, Baroukh B, Pellat B, Decup F, et al. Effect of a calcium-silicate-based restorative cement on pulp repair. *J Dent Res* 2012;91:1166-71.
28. Butt N, Talwar S, Chaudhry S, Nawal RR, Yadav S, Bali A. Comparison of physical and mechanical properties of mineral trioxide aggregate and Biodentine. *Indian J Dent Res* 2014;25:692-7.
29. Tanomaru-Filho M, Bier CA, Tanomaru JM, Barros DB. Evaluation of the thermoplasticity of different gutta-percha cones and the TC system. *J Appl Oral Sci* 2007;15:131-4.
30. Siqueira Júnior JF, Fraga RC, Garcia PF. Evaluation of sealing ability pH and flow rate of three calcium hydroxide-based sealers. *Endod Dent Traumat* 1995;11:225-8.
31. Wu MK, Fan B, Wesselink PR. Leakage along apical root fillings in curved root canals: Part I: effects of apical transportation on seal of root fillings. *J Endod* 2000;26:210-6.
32. Almeida JF, Gomes BP, Ferraz CC, 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.
33. Koubi S, Elmerini H, Koubi G, Tassery H, Camps J. Quantitative evaluation by glucose diffusion of microleakage in aged calcium silicate-based open-sandwich restorations. *Int J Dent* 2012; doi: 10.1155/2012/105863.

## 5 PUBLICAÇÃO 3

### **Solubilidade, porosidade e fluid uptake de cimentos de silicato de cálcio\***

#### **Resumo**

*Objetivo* O objetivo deste estudo foi avaliar as propriedades de Fluid uptake (captação/absorção de fluido), solubilidade e porosidade dos materiais de silicato de cálcio MTA Angelus Branco (MTA), Biodentine (BIO) e do cimento de óxido de zinco e eugenol (OZE).

*Materiais e métodos* A solubilidade foi avaliada segundo Carvalho-Junior et al. (2007) e a porosidade por microscópio digital invertido nas magnificações de 50 e 200 vezes e por meio de microtomografia computadorizada (Micro-CT). No teste de fluid uptake, após imersão dos espécimes em solução salina equilibrada de Hank (HBSS) por 24 horas, 1, 7, 14 e 28 dias foram determinados os valores de absorção de fluido, solubilidade e porosidade dos materiais. Os resultados obtidos foram submetidos aos testes ANOVA e Tukey, com 5% de significância.

*Resultados* Após 7 dias BIO foi o material mais solúvel, enquanto após 30 dias os materiais foram semelhantes. Em microscopia, a porosidade foi maior para MTA e semelhante para BIO e OZE. Em Micro-CT, a porosidade total foi maior para MTA. No período inicial MTA apresentou os maiores valores de porosidade e após 7 e 30 dias MTA e BIO mostraram valores semelhantes e maiores que OZE. Maiores valores de fluid uptake foram observados para MTA. A absorção foi semelhante entre os materiais e a solubilidade e porosidade foram maiores para MTA.

*Conclusões* Conclui-se que MTA apresenta maior porosidade total pela microscopia, Fluid-uptake e Micro-CT no período inicial e os testes utilizados são complementares.

*Relevância clínica* Solubilidade, porosidade e captação de fluidos influenciam o comportamento dos cimentos endodônticos, e fornecem dados complementares, uma vez que estas propriedades podem influenciar no sucesso clínico dos materiais.

**Palavras-chave:** Endodontia, materiais dentários, propriedades físicas, microtomografia por Raio-X.

\*Artigo nas normas do periódico *Clinical Oral Investigations*

## Introdução

A solubilidade de materiais reparadores de silicato de cálcio é avaliada [1-4] uma vez que a dissolução pode permitir infiltração, comprometendo o sucesso do tratamento [5]. De acordo com os padrões estabelecidos pela ISO 6876/2002 [6] ou ANSI/ADA nº 57 [7], amostras padronizadas do material são pesados em balança de precisão antes e após imersão em água destilada e a perda de massa é expressa em porcentagem da massa original.

A porosidade e defeitos micro estruturais de um material podem reduzir a dureza e resultar em falhas por meio da formação e propagação de microfissuras no interior dos materiais [8]. A porosidade dos materiais endodônticos pode ser avaliada por porosímetro de intrusão de mercúrio de alta pressão [9] ou por microscopia óptica de luz [10]. Outro teste é o de imersão (princípio de Arquimedes, norma ASTM C830), onde as amostras são inicialmente pesadas em condições seca e molhada, e a porosidade aparente é calculada a partir da massa de água retida nos seus poros abertos [11]. No entanto, estas técnicas produzem dados bidimensionais e podem não ser precisas [12]. Microtomografia computadorizada (Micro-CT) pode ser usada como um meio alternativo para determinar porosidade e distribuição de tamanho de poros no interior de um material [13-16]. De Souza et al. [15] avaliaram por meio de microtomografia computadorizada o grau de porosidade de três cimentos endodônticos à base de silicato (iRoot BP Plus, Biodentine e Ceramicrete) comparados ao MTA Pro Root. Solubilidade e porosidade são propriedades que podem ser correlacionadas [17,18].

Como teste alternativo para materiais, a absorção de fluido (quantidade de fluido adsorvido pelo material), a solubilidade (quantidade de substância dissolvida em uma quantidade de solvente) e a porosidade podem ser avaliadas pelo teste Fluid uptake. O teste Fluid uptake não faz parte das normas ISO [6], mas pode fornecer informações complementares para solubilidade e porosidade. A baixa absorção de fluido e sorção indicam que o material é estável [19]. O teste de Fluid uptake é realizado com corpos de prova com 15 mm de diâmetro e 1 mm de espessura (n=6). Após 24 horas da manipulação dos cimentos, as amostras são mensuradas quanto à massa, diâmetro médio, espessura e volume. Os espécimes são imersos em solução salina equilibrada de Hank e as massas são mensuradas após 24 horas, 1, 7, 14 e 28 dias. Ao final são realizado os cálculos de absorção de fluido, solubilidade e porosidade dos materiais [10].

O teste Fluid uptake tem sido utilizado para cimentos de silicato de cálcio. Grech et al. [19] avaliaram absorção de água e a solubilidade dos materiais de um cimento experimental de silicato tricálcico, Bioaggregate e Biodentine, usando HBSS para simular a situação

clínica. Formosa et al. [20] avaliaram absorção de fluido, sorção, solubilidade e porosidade de um novo MTA misturado com um líquido anti-washout. O gel anti-washout aumentou significativamente a resistência à desintegração do MTA, além de diminuir a absorção de fluidos e porosidade.

Mineral Trióxido Agregado (MTA) é um biomaterial à base de silicato de cálcio desenvolvido por Torabinejad et al. [21] para o tratamento de perfurações radiculares e como material retrobturador. Biodentine (Septodont, Saint Maur des Fossés, France) é um cimento restaurador à base de silicato de cálcio com indicações similares ao MTA [22]. Cimentos à base de óxido de zinco e eugenol podem ser usados como materiais retrobturadores, com baixa solubilidade [23].

O objetivo desse estudo foi avaliar a solubilidade, porosidade e Fluid uptake de materiais reparadores de silicato de cálcio por meio de testes convencionais, Fluid uptake e microtomografia computadorizada.

## **Materiais e Métodos**

Materiais reparadores (Tabela 1) foram avaliados quanto à solubilidade, porosidade e Fluid uptake.

### *Solubilidade*

O teste de solubilidade foi realizado baseado em Carvalho-Junior et al. [24]. Foram confeccionados corpos de prova medindo 7,75 mm de diâmetro e 1,5 mm de altura (n=5). Cada molde foi preenchido com o cimento a ser avaliado e posicionado sobre lamínula de vidro recoberta por uma película de papel celofane. Um fio de nylon impermeável foi colocado no interior do material e outra placa de vidro, também coberta com uma película de celofane, foi colocada sobre o molde e pressionada manualmente, de tal maneira que as placas tocam a superfície do molde uniformemente. O conjunto foi armazenado em estufa com temperatura de 37°C e 95% de umidade até a completa presa do material, um período correspondente a três vezes o tempo de presa. Os corpos de prova foram removidos dos moldes, colocados em dessecador a vácuo, e a massa foi mensurada em balança de precisão até obter estabilidade da massa inicial (aproximadamente 7 dias) e foram suspensos por meio da fixação dos fios de nylon no interior de recipientes plásticos com tampa contendo 7,5 ml de água destilada e deionizada, tendo o cuidado de evitar qualquer contato entre o material e a superfície interna do recipiente. Os recipientes permaneceram em estufa a 37°C durante 7 dias, quando os corpos de prova foram removidos da

água destilada, lavados com água destilada e deionizada, secos com papel absorvente e colocados novamente em desumidificador até obter estabilidade da massa final (aproximadamente 7 dias). O teste foi realizado também mantendo os corpos de prova em água destilada por um período de 30 dias. A perda de massa foi expressa em porcentagem da massa original.

#### *Análise da porosidade em microscopia*

O teste para avaliação da porosidade foi realizado utilizando microscopia óptica invertida, segundo estudo de Camilleri e Mallia [10] modificado. A microestrutura do material foi observado em espécimes retangulares medindo 8 x 10 mm e 5 mm de altura que foram preparados e armazenados em estufa por 24 horas a 37°C e 100% de umidade. Após remoção do molde e armazenagem em água destilada por 7 dias, os espécimes foram seccionados em metades ao longo de sua secção transversal com um micrótomo de corte Isomet 1000 (Buehler Ltda, Lake Bluff, IL, EUA). Os espécimes foram polidos usando papel de carboneto de silício de granulação fina. As superfícies dos espécimes foram visualizadas sob um microscópio digital invertido (MIC-D, Olympus) nas magnificações de 50 e 200 vezes. As imagens da superfície do cimento foram capturadas e analisadas qualitativa e quantitativamente quanto à presença de poros. A análise quantitativa dos poros foi realizada por meio da ferramenta Image Tool versão 3.0, de forma que a superfície do material foi dividida em quatro partes e cada parte foi analisada individualmente nas duas magnificações utilizadas.

#### *Análise da porosidade em Micro-CT*

A análise da porosidade por meio de Micro CT foi realizada baseada no estudo de De Souza et al. [15]. Corpos de prova de  $4,0 \pm 0,1$  mm de altura e  $7 \pm 0,1$  mm de diâmetro foram confeccionados. Os materiais foram espatulados seguindo as instruções do fabricante e posteriormente colocados no interior dos moldes. O conjunto foi mantido a umidade de 95% em estufa a 37 °C durante 7 dias para permitir a presa completa dos cimentos.

As amostras foram examinadas por meio de microtomógrafo computadorizado (Micro-CT SkyScan 1176, Bruker-microCT, Kontich, Bélgica) após a presa e após imersão em água destilada pelos períodos de 7 e 30 dias, a fim de avaliar a porosidade inicial dos materiais e após o contato com ao meio aquoso. Os parâmetros para escaneamento foram: voltagem de 80 kv, corrente de 313  $\mu$ A, 9  $\mu$ m de tamanho de pixels e rotação de 360°. A partir destas imagens, foi realizada a análise quantitativa das amostras, permitindo o cálculo da porosidade do material em mm<sup>3</sup> e porcentagem. A reconstrução das imagens foi feita usando o programa NRecon (V1.6.4.7; SkyScan, Bélgica). Nesta etapa, foram realizados testes para definição dos parâmetros adequados

e padronização. A sobreposição das imagens em cada período (inicial, após 7 e 30 dias em água) foi realizada utilizando o programa Dataviewer. Análise volumétrica e mensuração da porosidade foi realizada no programa CTAn e a confecção de modelo tridimensional no software CTVol (SkyScan, Bélgica). Foram avaliadas porosidade aberta, fechada e total.

*Fluid uptake (captação/absorção de água), absorção, solubilidade e porosidade*

Corpos de prova de cimentos com 15 mm de diâmetro e  $1 \pm 0,1$  mm de espessura ( $n=6$ ), após presa em estufa  $37^{\circ}\text{C}$  durante 24 horas, tiveram suas massas mensuradas ( $m_1$ ). O diâmetro médio e a espessura de cada amostra foram medidos utilizando um paquímetro digital, e o volume ( $V$ ) de cada amostra foi calculado. Os espécimes foram imersos em posição vertical em 10 ml de solução salina equilibrada de Hank. Os espécimes foram removidos após 24 horas e secos utilizando papel absorvente. Estes então tiveram suas massas mensuradas novamente após 1 minuto de removidos da solução de armazenamento ( $m$ ). A Fluid uptake de cada amostra foi dada usando a seguinte equação: Fluid uptake (%) =  $m - m_1 / V \times 100$ . Este processo foi repetido após 1, 7, 14 e 28 dias. A variação no Fluid uptake com o tempo foi anotada. Após 28 dias, a massa dos espécimes (totalmente saturado com água) foi mensurada ( $m_2$ ). As amostras foram armazenadas num desumificador mantido a  $23^{\circ}\text{C}$  com gel de sílica por 24 horas até obter uma massa constante ( $m_3$ ). Transcorridos 28 dias, a análise de absorção e solubilidade foram calculados. A absorção de água para cada amostra foi calculada usando a equação: absorção (%) =  $m_2 - m_3 / V \times 100$ . A solubilidade foi calculada de acordo com a equação: Solubilidade (%) =  $m_1 - m_3 / V \times 100$ . A porosidade de cada amostra foi calculada de acordo com a seguinte equação: Porosidade (%) =  $[(m_2/m_1) - 1] \times 100$ . A massa da HBSS absorvida pelos poros de cada espécime foi quantificada com base no princípio de Arquimedes. A mensuração da diferença em massa (g) entre cada amostra quando seca e quando submersa na solução, foi expressa como o volume dos poros presentes em cada amostra.

Para todos os testes, os resultados obtidos foram submetidos a um teste de normalidade, e posteriormente submetidos ao teste estatístico paramétrico ANOVA e ao teste de comparações múltiplas de Tukey, com 5% de significância.

## Resultados

### *Solubilidade*

Aos 7 dias a solubilidade foi maior para BIO (-6,82±0,35), seguido por OZE (-3,24±0,29) e menor para MTA (1,62±0,46), enquanto após 30 dias, a solubilidade foi semelhante para os materiais ( $p < 0.05$ ) (Tabela 2).

### *Porosidade em microscopia*

A porosidade foi maior para MTA e não houve diferença estatisticamente significativa entre BIO e OZE (Tabela 2). Imagens capturadas com aumento de 50 vezes podem ser observadas na Figura 1

### *Porosidade em Micro-CT*

Os valores de porosidade em Micro CT estão representados na Tabela 3 e imagem representativa da porosidade dos materiais está ilustrada na Figura 2. Quanto às porosidades aberta e total, MTA apresentou valores semelhantes nos períodos inicial e 7 dias e maiores após 30 dias. BIO apresentou aumento nos valores após imersão em água e OZE manteve valores semelhantes nos três períodos. No período inicial MTA apresentou os maiores valores e após 7 e 30 dias MTA e BIO mostraram valores semelhantes e maiores que OZE. Quanto à porosidade fechada MTA, BIO e OZE mantiveram seus valores nos três períodos, sendo que no período inicial os três materiais mostraram resultado semelhante e após 7 e 30 dias MTA mostrou valores semelhantes a BIO e maior que OZE.

### *Fluid uptake*

MTA apresentou os maiores valores de fluid uptake em todos os períodos, seguido por BIO e menores valores foram observados para OZE. Não houve diferença estatisticamente significativa entre a absorção para os diferentes materiais e a porosidade foi maior para MTA e menor para BIO (Tabela 4).

## Discussão

De acordo com a norma ISO 6876/2002 [6], a solubilidade é avaliada após um período de 24 horas. No entanto, períodos maiores de análise são utilizados, variando de 48 horas a 78 dias [3, 4, 25]. Os períodos utilizados no presente estudo (7 e 30 dias) favorecem a comparação com resultados do teste Fluid uptake. Aos 7 dias a solubilidade foi maior para BIO, seguido por OZE e menor para o MTA, com valores segundo a ISO 6876 [6],

concordando com estudos prévios [1,2,26]. Após 30 dias, a solubilidade foi semelhante para os materiais, sendo que todos apresentaram valores de solubilidade superior a 3%. Estudos de solubilidade têm mostrado valores maiores para o Biodentine, concordando com resultado obtido aos 7 dias. Dawood et al. [2], investigaram as propriedades físicas de Biodentine e MTA Angelus e observaram após 7 dias uma solubilidade maior para Biodentine. Singh et al. [4], compararam a solubilidade de Biodentine e MTA nos períodos de 24 horas, 3, 10, 30 e 60 dias e demonstraram que Biodentine apresentou maior solubilidade nos períodos de 30 e 60 dias. Kaup et al. [27], avaliaram a solubilidade de Biodentine e MTA ProRoot e observaram que Biodentine apresentou maior solubilidade após um período de 28 dias, mostrando uma perda de massa de 4.610 ( $\pm 1.402$ ) %. Por outro lado, Ceci et al. [3] compararam a solubilidade de quatro materiais retrobturadores (Biodentine, MTA-Angelus, MTA ProRoot e IRM), após 24 horas e 60 dias, utilizando a norma ISO 6876/2012 e não observaram diferença entre MTA e Biodentine nos dois períodos experimentais, concordando com resultados do presente estudo após 30 dias.

A solubilidade dos materiais é avaliada também pelo teste Fluid uptake, sendo que as principais diferenças entre os testes está no diâmetro dos espécimes, tempo e tipo de solução de imersão, e desidratação após remoção da solução. Para o Fluid uptake, a massa inicial ( $m_1$ ) e volume ( $V$ ) de cada amostra são obtidos inicialmente. Os espécimes são imersos em 10 ml de solução salina equilibrada de Hank onde permanecem por 28 dias. Após esse período, as amostras são removidas da solução e mantidas em desumificador por 24 horas até obter uma massa constante ( $m_3$ ). A solubilidade é calculada de acordo com a equação: Solubilidade (%) =  $m_1 - m_3 / V \times 100$ .

O teste Fluid uptake permite a análise de absorção de fluido, solubilidade e porosidade dos materiais num único teste. Nossos resultados mostraram, no geral, maiores valores para MTA, seguido por BIO e menores para OZE, sem diferença entre a absorção para os diferentes materiais. Quanto à propriedade de solubilidade, no teste de Fluid uptake a mesma é observada após o material ficar imerso na solução de HBSS por 28 dias e após dessecação do cimento por 24 horas, enquanto no teste convencional as análises foram realizadas após imersão em água destilada por 7 e 30 dias. Embora no teste convencional após 7 dias a solubilidade tenha sido maior para BIO, após 30 dias foi semelhante entre os materiais. MTA foi o material com maior aumento na solubilidade entre os períodos de 7 e 30 dias, sugerindo correlação com o teste de Fluid uptake, onde maior solubilidade foi observada para MTA após 28 dias.

Grech et al. [19] realizaram o teste Fluid uptake dos cimentos Bioaggregate, Biodentine, IRM (cimento à base de óxido de zinco e eugenol) e cimento experimental à base de silicato de cálcio. Biodentine exibiu a menor Fluid uptake e foi semelhante ao IRM, com valores semelhantes ao do presente estudo. Os resultados de absorção e solubilidade mostraram Biodentine e IRM com valores semelhantes concordando com o nosso estudo. Cutajar et al. [28] realizaram Fluid uptake de Cimento Portland com óxido de zircônio, comparando com MTA ProRoot, mostrando que MTA ProRoot apresentou valores de fluid uptake variando de 9.78 a 12.30%, valores muito acima dos nossos. Camilleri [18] e Camilleri e Mallia [10] avaliaram a fluid uptake de MTA, que mostrou um aumento incremental no peso ao longo do período de imersão em HBSS, concordando com resultados deste estudo. Gandolfi et al. [29] avaliaram a sorção de água, porosidade e solubilidade de cimentos de silicato de cálcio (MTA ProRoot, MTA Angelus, MTA Plus, Biodentine, Tech Biosealer e TheraCal) em fluido corporal simulado e observaram que Tech Biosealer, MTA Plus e MTA Angelus mostraram os maiores valores de porosidade, absorção de água e solubilidade, concordando com nossos resultados onde MTA apresentou valores maiores que Biodentine.

Porosidade é uma característica comum dos cimentos que ocorre como resultado dos espaços no cimento não hidratado [30], sendo que a porosidade e solubilidade dos materiais podem afetar sua estabilidade, integridade e durabilidade [31]. A porosidade pode ser determinada visualmente pela observação do tamanho e distribuição dos poros na superfície polida dos cimentos, entretanto, não é um método preciso, por avaliar de forma qualitativa [30]. A porosidade dos materiais em microscopia foi avaliada baseada no estudo de Camilleri e Mallia [10], em espécimes retangulares seccionados ao longo de sua secção transversal, sendo que no presente estudo, imagens capturadas no microscópio digital invertido nas ampliações de 50 e 200 vezes foram transferidas para o programa ImageTool versão 3.0, possibilitando a contagem dos poros nos cimentos e comparação quantitativa.

Uyanik et al. [32] mostraram que a lâmina de corte pode alterar as porosidades, influenciando na mensuração do número e tamanho dos poros. A avaliação utilizando Micro-CT permite análise não destrutiva e tem sido utilizada para avaliação da porosidade de diferentes materiais [15, 33, 34]. Micro-CT fornece dados sobre porosidade aberta e fechada separadamente, sendo que poros fechados representam espaços vazios completamente circundados por material e poros abertos aqueles que têm algum tipo de contato com a superfície externa.

De acordo com o fabricante (Bruker-microCT, Kontich, Belgium), o programa CTAn permite análise da porosidade de qualquer tipo de material. Neste estudo, os espécimes foram

escaneados em alta resolução (9um), considerada adequada para a quantificação de poros [35, 36]. Ainda, foram escaneados sem nenhum tipo de interferência, ou seja, sem nenhuma base ou material envolvendo os mesmos.

Solubilidade e porosidade têm sido relacionadas. A solubilidade observada para MTA pode estar associada com a presença do óxido de bismuto como radiopacificador, que tem mostrado aumentar a porosidade do cimento, diminuindo sua estabilidade mecânica e aumentando sua solubilidade [17, 18]. Fridland e Rosado [37] avaliaram a solubilidade e porosidade do MTA utilizando diferentes proporções pó-água e observaram uma correlação entre ambas as propriedades, que aumentavam com o aumento de água na mistura.

MTA apresenta maior absorção de fluidos pelo teste Fluid uptake, o que pode favorecer a expansão do material. No entanto, a absorção pode favorecer um aumento da porosidade [18], o que justifica os maiores valores de porosidade para este material encontrados no teste Fluid uptake, na microscopia e no período inicial em Micro-CT. MTA também tem como característica a presença de 20% de óxido de bismuto em sua composição, o que o torna um material mais poroso [17, 38].

Biodentine apresenta tamanho reduzido das partículas de cimento [22], além da utilização de aditivos, que tem sido associada com uma redução na porosidade [39], o que justificaria os menores valores desse cimento quando comparado ao MTA nos testes de Fluid Uptake e microscopia. Entretanto, apresenta poliacrilato em sua composição, um polímero hidrossolúvel utilizado como agente superplastificante que facilita a manipulação e inserção desse cimento, no entanto, apresenta efeito surfactante, podendo aumentar a solubilidade do material [2]. Aumentando esta solubilidade, poderia haver uma maior desintegração do material, justificando o aumento nos resultados de porosidade aberta e total após a imersão dos espécimes em água destilada.

De Souza et al. [15] também utilizaram microtomografia computadorizada para avaliar o grau de porosidade de três cimentos endodônticos à base de silicato (iRoot BP Plus, Biodentine e Ceramcrete) comparados ao MTA Pro Root. Os materiais foram avaliados após a presa e nenhuma diferença foi observada entre eles, concordando com nossos resultados de porosidade fechada nos três períodos, aberta e total nos períodos de 7 e 30 dias para Biodentine e MTA.

Conclui-se que MTA apresenta maior porosidade total pela microscopia, Fluid-uptake e no período inicial em Micro-CT. Pelo teste convencional, a solubilidade do MTA foi semelhante ao BIO e OZE após 30 dias e maior no Fluid uptake. Solubilidade, porosidade e Fluid uptake apresentam resultados complementares.

## Referências

1. Islam I, Chng HK, Yap AU (2006) Comparison of the physical and mechanical properties of MTA and Portland cement. *J Endod* 32:193-197.
2. Dawood AE, Manton DJ, Parashos P, Wong RH, Palamara JE, Stanton DP, Reynolds EC (2014) The physical properties and ion release of CPP-ACP-modified calcium silicate-based cements. *Aust Dent J* doi:10.1111/adj.12255.
3. Ceci M, Beltrami R, Chiesa M, Colombo M, Poggio C (2015) Biological and chemical-physical properties of root-end filling materials: A comparative study. *J Conserv Dent* 18:94-99.
4. Singh S, Podar R, Dadu S, Kulkarni G, Purba R (2015) Solubility of a new calcium silicate-based root-end filling material. *J Conserv Dent* 18:149-153.
5. Cavenago BC, Pereira TC, Duarte MAH, Ordinola-Zapata R, Marciano MA, Bramante CM, Bernardineli N (2014) Influence of powder-to-water ratio on radiopacity, setting time, pH, calcium ion release and a micro-CT volumetric solubility of white mineral trioxide aggregate. *Int Endod J* 47:120-126.
6. International Organization for Standardization Dentistry (ISO). ISO 6876. Root canal sealing materials. British Standards Institution. London, UK, 2002.
7. American national standards institute/American dental association (ANSI/ADA). Specification no. 57 ADA. Laboratory testing methods: endodontic filling and sealing materials. Endodontic sealing materials. Chicago, USA, 2000.
8. Dieter G. Elements of the theory of plasticity. In: Dieter G, editor. Mechanical metallurgy. London: McGraw Hill; 1988. p. 69–102.
9. Antonijevic D, Medigovic I, Zrilic M, Jokic B, Vukovic Z, Todorovic L (2013) The influence of different radiopacifying agents on the radiopacity, compressive strength, setting time, and porosity of Portland cement. *Clin Oral Investig* 18:1597-1604.
10. Camilleri J, Mallia B (2011) Evaluation of the dimensional changes of mineral trioxide aggregate sealer. *Int Endod J* 44:416-424.
11. Barros J, Silva MG, Rodrigues MA, Alves FR, Lopes MA, Pina-Vaz I, Siqueira Jr JF (2014) Antibacterial, physicochemical and mechanical properties of endodontic sealers containing quaternary ammonium polyethylenimine nanoparticles. *Int Endod J* 47:725-734 .
12. Mitchell CA, Douglas WH (1997) Comparison of the porosity of hand-mixed and capsulated glass-ionomer luting cements. *Biomaterials* 18:1127-1131.
13. Farber L, Tardos G, Michaels JN (2003) Use of X-ray tomography to study the porosity and morphology of granules. *Powder Technol* 132:57–63.
14. Nomoto R, Komoriyama M, McCabe JF, Hirano S (2004) Effect of mixing method on the porosity of encapsulated glass ionomer cement. *Dent Mater* 20:972-978.
15. De Souza ET, Nunes Tameirão MD, Roter JM, De Assis JT, De Almeida Neves A, De-Deus GA (2013) Tridimensional quantitative porosity characterization of three set calcium silicate-based repair cements for endodontic use. *Microsc Res Tech* 76:1093-1098.

16. Basturk FB, Nekoofar MH, Gunday M, Dummer PM (2014) Effect of various mixing and placement techniques on the flexural strength and porosity of mineral trioxide aggregate. *J Endod* 40:441-445.
17. Coomaraswamy K, Lumley P, Hofmann M (2007) Effect of bismuth oxide radiopacifier content on the material properties of an endodontic portland cement-based (MTA-like) system. *J End* 33:295-298.
18. Camilleri J (2011) Evaluation of the effect of intrinsic material properties and ambient conditions on the dimensional stability of white mineral trioxide aggregate and Portland cement. *J Endod* 37:239-245.
19. Grech L, Mallia B, Camilleri J (2013) Investigation of the physical properties of tricalcium silicate cement-based root-end filling materials. *Dent Mater* 29:20-28.
20. Formosa LM, Mallia B, Camilleri J (2013) Mineral trioxide aggregate with anti-washout gel - properties and microstructure. *Dent Mater* 29:294-306.
21. Torabinejad M, Watson TF, Pitt Ford TR (1993) Sealing ability of a mineral trioxide aggregate when used as a root end filling material. *J Endod* 19:591-595.
22. Koubi S, Elmerini H, Koubi G, Tassery H, Camps J (2012) Quantitative evaluation by glucose diffusion of microleakage in aged calcium silicate-based open-sandwich restorations. *Int J Dent* 2012:1058-1063.
23. Poggio C, Lombardini M, Alessandro C, Simonetta R (2007) Solubility of root-end-filling materials: a comparative study. *J Endod* 33:1094-1097.
24. Carvalho-Junior JR, Correr-Sobrinho L, Correr AB, Sinhoreti MA, Consani S, Sousa-Neto MD (2007) Solubility and dimensional change after setting of root canal sealers: a proposal for smaller dimensions of test samples. *J Endod* 33:1110-1116.
25. Schäfer E, Zandbiglari T (2003) Solubility of root-canal sealers in water and artificial saliva. *Int Endod J* 36:660-669.
26. Tanomaru-Filho M, Garcia AC, Bosso-Martelo R, Berbert FL, Nunes Reis JM, Guerreiro-Tanomaru JM (2015) Influence of addition of calcium oxide on physicochemical properties of Portland cement with zirconium or niobium oxide. *J Conserv Dent* 18:105-108.
27. Kaup M, Schäfer E, Dammaschke T (2015) An in vitro study of different material properties of Biodentine compared to ProRoot MTA. *Head & Face Medicine* 2:11-16.
28. Cutajar A, Mallia B, Abela S, Camilleri J (2011) Replacement of radiopacifier in mineral trioxide aggregate; characterization and determination of physical properties. *Dent Mater* 27:879-891.
29. Gandolfi MG, Siboni F, Botero T, Bossù M, Riccitiello F, Prati C (2015) Calcium silicate and calcium hydroxide materials for pulp capping: biointeractivity, porosity, solubility and bioactivity of current formulations. *J Appl Biomater Funct Mater* 13:43-60.
30. Khalil I, Naaman A, Camilleri J (2015) Investigation of a novel mechanically mixed mineral trioxide aggregate (MM-MTA<sup>TM</sup>). *Int Endod J* 48:757-767.

31. Mutal L, Gani O (2005) Presence of pores and vacuoles in set endodontic sealers. *Int Endod J* 38:690–696.
32. Uyanik MO, Nagas E, Cubukcu HE, Dagli F, Cehreli ZC (2010) Surface porosity of hand-mixed, syringe-mixed and encapsulated set endodontic sealers. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod* 109:117-122.
33. Gandolfi MG, Parrilli AP, Fini M, Prati C, Dummer PM (2013) 3D micro-CT analysis of the interface voids associated with Thermafil root fillings used with AH Plus or a flowable MTA sealer. *Int Endod J* 46:253-263.
34. N'Diaye M, Degeratu C, Bouler JM, Chappard D (2013) Biomaterial porosity determined by fractal dimensions, succolarity and lacunarity on microcomputed tomographic images. *Mater Sci Eng C Mater Biol Appl* 33:2025-2030.
35. Webb PA, On C (1997) Analytical methods in fine particle technology. Micrometrics Instrument Corporation, Norcross.
36. Mendoza F, Verboven P, Mebatsion HK, Kerckhofs G, Wevers M, Nicolai B (2007) Three-dimensional pore space quantification of apple tissue using X-ray computed microtomography. *Planta* 226:559–570.
37. Fridland M, Rosado R (2003) Mineral trioxide aggregate (MTA) solubility and porosity with different water-to-powder ratios. *J Endod* 29:814-817.
38. Camilleri J, Gandolfi MG (2010) Evaluation of the radiopacity of calcium silicate cements containing different radiopacifiers. *Int Endod J* 43:21–30.
39. Camilleri J, Grech L, Galea K, Keir D, Fenech M, Formosa L, Damidot D, Mallia B (2014) Porosity and root dentine to material interface assessment of calcium silicate-based root-end filling materials. *Clin Oral Investig* 18:1437-1446.

## Tabelas

**Tabela 1** Materiais retrobturadores que foram avaliados, fabricante e proporção empregada.

<b>Material</b>	<b>Fabricante e Proporção</b>
MTA Branco	MTA Angelus, Londrina, Brasil Proporção: 1g: 0,33 mL (água destilada)
Biodentine	Septodont, Saint Maur des Fossés, France
Óxido de Zinco e Eugenol	Proporção: 1 g pó: 6 gotas líquido S.S.White Art. Dent. Ltda., Rio de Janeiro, RJ Proporção: 1 g: 0,30 mL (eugenol)

**Tabela 2** Média e desvio padrão dos resultados (%) de solubilidade e porosidade (número de poros) dos materiais retrobturadores avaliados

<b>Grupos/Testes</b>	<b>MTA</b>	<b>BIO</b>	<b>OZE</b>
<b>Solubilidade 7 dias</b>	1,62 ( $\pm 0,46$ ) <sup>c</sup>	-6,82 ( $\pm 0,35$ ) <sup>a</sup>	-3,24 ( $\pm 0,29$ ) <sup>b</sup>
<b>Solubilidade 30 dias</b>	-4,66 ( $\pm 2,26$ ) <sup>a</sup>	-6,56 ( $\pm 1,97$ ) <sup>a</sup>	-4,45 ( $\pm 0,36$ ) <sup>a</sup>
<b>Porosidade</b>	136,00 ( $\pm 35,61$ ) <sup>a</sup>	71,50 ( $\pm 32,23$ ) <sup>b</sup>	48,69 ( $\pm 21,30$ ) <sup>b</sup>

<sup>a,b,c</sup> Letras diferentes indicam diferença estatística significativa entre os grupos experimentais ( $p < 0,05$ ).

**Tabela 3.** Média e desvio padrão dos resultados de porosidade aberta, fechada e total (%) dos materiais nos períodos inicial, após 7 e 30 dias

Grupos/Testes	MTA	BIO	OZE
<b>Porosidade Aberta Inicial (%)</b>	14,67 ( $\pm 4,67$ ) <sup>b,A</sup>	5,91 ( $\pm 1,12$ ) <sup>a,A</sup>	6,34 ( $\pm 0,83$ ) <sup>a,A</sup>
<b>Porosidade Aberta 7 dias (%)</b>	14,02 ( $\pm 4,34$ ) <sup>a,A</sup>	16,28 ( $\pm 2,40$ ) <sup>a,B</sup>	7,30 ( $\pm 0,83$ ) <sup>b,A</sup>
<b>Porosidade Aberta 30 dias (%)</b>	22,18 ( $\pm 4,67$ ) <sup>a,B</sup>	25,87 ( $\pm 3,00$ ) <sup>a,C</sup>	7,39 ( $\pm 1,01$ ) <sup>b,A</sup>
<b>Porosidade Fechada Inicial (%)</b>	0,46 ( $\pm 0,20$ ) <sup>a,A</sup>	0,40 ( $\pm 0,07$ ) <sup>a,B</sup>	0,26 ( $\pm 0,09$ ) <sup>a,C</sup>
<b>Porosidade Fechada 7 dias (%)</b>	0,39 ( $\pm 0,13$ ) <sup>a,A</sup>	0,26 ( $\pm 0,12$ ) <sup>a,b,B</sup>	0,20 ( $\pm 0,05$ ) <sup>b,C</sup>
<b>Porosidade Fechada 30 dias (%)</b>	0,42 ( $\pm 0,20$ ) <sup>a,A</sup>	0,27 ( $\pm 0,09$ ) <sup>a,b,B</sup>	0,20 ( $\pm 0,06$ ) <sup>b,C</sup>
<b>Porosidade Total Inicial (%)</b>	15,19 ( $\pm 4,83$ ) <sup>a,A</sup>	6,36 ( $\pm 1,03$ ) <sup>b,A</sup>	6,71 ( $\pm 1,01$ ) <sup>b,A</sup>
<b>Porosidade Total 7 dias (%)</b>	14,48 ( $\pm 4,60$ ) <sup>a,A</sup>	16,59 ( $\pm 2,23$ ) <sup>a,B</sup>	7,47 ( $\pm 0,84$ ) <sup>b,A</sup>
<b>Porosidade Total 30 dias (%)</b>	22,50 ( $\pm 4,97$ ) <sup>a,B</sup>	26,27 ( $\pm 2,98$ ) <sup>a,C</sup>	7,68 ( $\pm 0,86$ ) <sup>b,A</sup>

<sup>a,b</sup>Letras minúsculas diferentes na mesma linha indicam diferença estatística significativa entre os grupos experimentais no mesmo período ( $p < 0,05$ ).

<sup>A,B</sup>Letras maiúsculas diferentes na mesma coluna indicam diferença estatística significativa entre o mesmo grupo em diferentes períodos ( $p < 0,05$ ).

**Fluid uptake, absorção, solubilidade e porosidade**

**Tabela 4.** Média e desvio padrão dos resultados (%) de Fluid uptake, absorção, solubilidade e porosidade

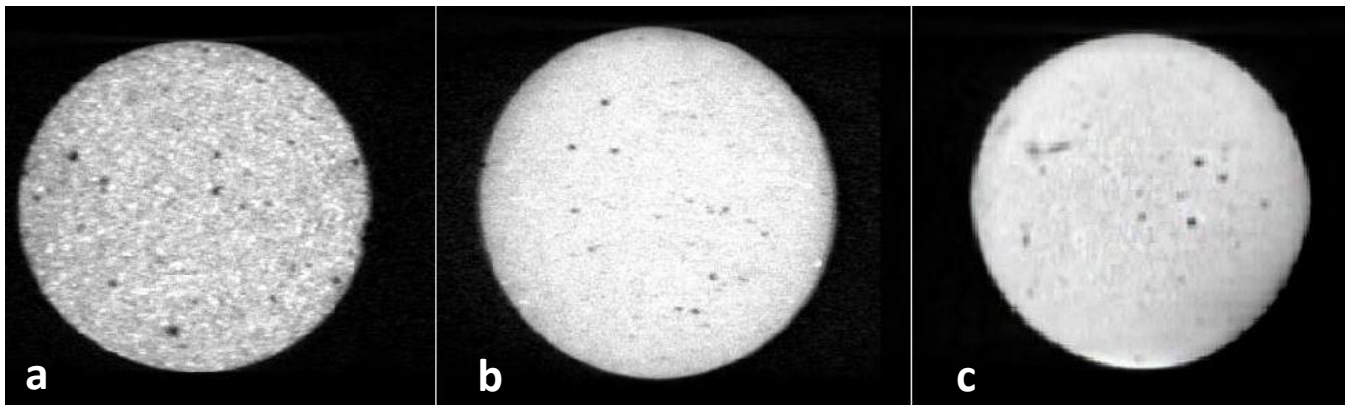
Grupos	MTA	BIO	OZE
<b>Fluid Uptake após 24h</b>	0,02276( $\pm 0,0017$ ) <sup>a</sup>	-0,01099( $\pm 0,0021$ ) <sup>b</sup>	-0,002616( $\pm 0,0005$ ) <sup>c</sup>
<b>Fluid Uptake após 7 dias</b>	0,02326( $\pm 0,0018$ ) <sup>a</sup>	-0,009463( $\pm 0,0050$ ) <sup>b</sup>	0,00125( $\pm 0,0096$ ) <sup>c</sup>
<b>Fluid Uptake após 14 dias</b>	0,02420( $\pm 0,0023$ ) <sup>a</sup>	-0,01316( $\pm 0,0026$ ) <sup>b</sup>	0,001853( $\pm 0,0015$ ) <sup>c</sup>
<b>Fluid Uptake após 28 dias</b>	0,03517( $\pm 0,0021$ ) <sup>a</sup>	0,001787( $\pm 0,0053$ ) <sup>c</sup>	0,01340( $\pm 0,0035$ ) <sup>b</sup>
<b>Absorção</b>	0,0109( $\pm 0,0010$ ) <sup>a</sup>	0,0139( $\pm 0,0046$ ) <sup>a</sup>	0,0097( $\pm 0,0016$ ) <sup>a</sup>
<b>Solubilidade</b>	-0,0242( $\pm 0,0020$ ) <sup>a</sup>	0,0123( $\pm 0,0005$ ) <sup>b</sup>	-0,0035( $\pm 0,0021$ ) <sup>c</sup>
<b>Porosidade</b>	25,06( $\pm 1,708$ ) <sup>a</sup>	-0,1765( $\pm 1,473$ ) <sup>c</sup>	6,808( $\pm 0,970$ ) <sup>b</sup>

<sup>a,b,c</sup>Letras diferentes indicam diferença estatística significativa entre os grupos experimentais ( $p < 0,05$ ).

## Figuras



**Figura 1ABC**



**Figura 2ABC**

## Legendas das Figuras

**Figura 1 (a,b,c):** Porosidade dos cimentos MTA (a), BIO (b) e OZE (c) pela avaliação em microscopia com aumento de 50 vezes.

**Figura 2 (a,b,c):** Imagens microtomográficas realizadas no programa *CTAn* representativas da porosidade dos cimentos MTA (a), BIO (b) e OZE (c) no período inicial.

## 6 PUBLICAÇÃO 4

### **Solubilidade, porosidade, alteração dimensional e volumétrica de cimentos obturadores por meio de testes convencionais e empregando Micro-CT\***

#### **Resumo**

**Introdução:** Cimentos endodônticos devem apresentar propriedades físico-químicas adequadas, avaliadas por normas padronizadas ou Micro-CT. O objetivo deste estudo foi avaliar alteração dimensional, solubilidade, alteração volumétrica e porosidade dos cimentos obturadores AH Plus (AHP), MTA Fillapex (MTAF) e Endofill (EDF) por testes convencionais e empregando Micro-CT. **Métodos:** A solubilidade (perda de massa) foi calculada após 7 e 30 dias de imersão em água destilada. A alteração dimensional (linear, em mm) foi avaliada conforme ISO 6876/2002. A alteração volumétrica foi avaliada em cavidades de resina acrílica com 3 mm de profundidade e 1 mm de diâmetro preenchidas pelos materiais. As amostras foram escaneadas por meio de Micro-CT após preenchimento e após 7 e 30 dias mantidas imersas em água destilada. A porosidade dos cimentos foi avaliada em microscopia após 7 dias de imersão em água destilada e em Micro-CT após a presa e imersão em água destilada pelos períodos de 7 e 30 dias. Os dados obtidos foram submetidos à análise de variância e teste de Tukey, com nível de significância de 5%. **Resultados:** MTA Fillapex apresentou maior alteração dimensional e AH Plus a menor ( $p < 0,05$ ). Aos 7 e 30 dias a solubilidade foi maior para MTA Fillapex ( $p < 0,05$ ), com valores acima do recomendando pela ISO 6876. MTA Fillapex também apresentou os maiores valores de porosidade total em Microscopia e Micro-CT e perda de volume em Micro-CT. **Conclusões:** Concluiu-se que MTA Fillapex apresentou maior solubilidade, alteração dimensional, alteração volumétrica e porosidade.

#### **Palavras-chave**

Endodontia, microtomografia por Raio-X, propriedades físicas.

\*Artigo nas normas do periódico *Journal of Endodontics*

## Introdução

Cimentos endodônticos devem apresentar propriedades físico-químicas adequadas como baixa solubilidade (1) e alteração dimensional (2). Normas e testes padronizados de avaliação são definidos pela American Institute / American Dental Association (ADA) (3) e International Organization for Standardization (ISO) (4) que estabelecem metodologias para análise dessas propriedades.

A análise da solubilidade dos cimentos obturadores é importante uma vez que a dissolução do material pode comprometer o sucesso do tratamento (1). De acordo com os padrões estabelecidos pela ISO 6876 (4) ou ANSI/ADA nº 57 (3), os cimentos devem apresentar valores inferiores a 3% de solubilidade. A alteração dimensional é também uma propriedade físico-química essencial para os materiais endodônticos, visto que a contração pode causar falhas proporcionando infiltração de microrganismos e seus produtos tóxicos, comprometendo o selamento endodôntico (2). Segundo especificações da ANSI/ADA nº57 e ISO 6876, a alteração dimensional não deve exceder 1,0% em contração ou 0,1% em expansão. A porosidade de um material pode reduzir sua dureza e resistência (5), contribuindo para o fracasso do tratamento. A porosidade dos materiais endodônticos pode ser avaliada por meio de um porosímetro de intrusão de mercúrio de alta pressão (6), pelo teste de imersão-princípio de Arquimedes, norma ASTM C830 (7) ou por meio de microscopia óptica de luz (8). No entanto, as características fornecidas bidimensionalmente podem não fornecer dados precisos de porosidade (9).

AH Plus® (Dentsply, DeTrey GmbH, Konstanz, Alemanha) é um cimento à base de resina epóxica que segundo metodologias determinadas pela ISO 6876 demonstra baixa solubilidade (10, 11) e baixa alteração dimensional (7, 11). MTA Fillapex® é um cimento endodôntico à base de MTA (Angelus Londrina, PR, Brasil). Este material é composto de resina salicilato, resina diluente, óxido de bismuto, nanopartículas de sílica, MTA e pigmentos. O material apresenta biocompatibilidade (12), mas demonstra altos valores de solubilidade (13, 14) e alteração dimensional (14). Endofill (Dentsply Indústria e Comércio Ltda., Petrópolis, RJ, Brasil) é um cimento à base de óxido de zinco e eugenol baseado na formulação de Grossman que apresenta pequena alteração dimensional (15, 16) e boa radiopacidade (16). Todavia, os valores de solubilidade deste cimento demonstram valores acima do recomendado (15, 16).

Meios alternativos são propostos para avaliação da solubilidade e estabilidade dimensional com menores dimensões dos corpos de prova, sem afetar a acurácia do método

avaliado (15). Além disso, novas metodologias como a microtomografia computadorizada podem ser usadas para análise de propriedades físico-químicas de cimentos endodônticos 1 e 17. Cavenago et al (1) propuseram o uso da microtomografia computadorizada, para quantificar a alteração volumétrica do MTA em obturações retrógradas após imersão em água ultrapura, relacionando os resultados com solubilidade. Micro-CT também pode ser utilizado para avaliação da porosidade e distribuição de tamanho de poros no interior de um material (17).

O objetivo deste estudo é avaliar solubilidade e alteração dimensional de cimentos endodônticos por meio de testes convencionais, e porosidade e alteração volumétrica por meio de Micro-CT.

### **Materiais e Métodos**

Cimentos endodônticos foram avaliados quanto à solubilidade, alteração dimensional, porosidade e alteração volumétrica. Os materiais avaliados estão especificados na Tabela 1.

**TABELA 1-** Cimentos endodônticos avaliados e respectivos fabricantes.

<b>Material</b>	<b>Fabricante</b>
AH Plus	Dentsply International, Addlestone, UK
Endofill	Herpo Produtos Dentários Ltda, Petrópolis, RJ, Brasil
MTA Fillapex	Angelus Dental Solutions, Londrina, PR, Brasil

### **Avaliação dos materiais**

#### **Solubilidade**

O teste de solubilidade foi realizado baseado em Carvalho-Junior et al (15). Foram confeccionados corpos de prova de 7,75 mm de diâmetro por 1,5 mm de altura (n=5) com um fio de nylon impermeável no interior do material. O conjunto foi armazenado em estufa com

temperatura de 37°C e 95% de umidade por um período correspondente a três vezes o tempo de presa. Os corpos de prova foram removidos dos moldes, colocados em dessecador a vácuo, e a massa inicial foi mensurada em balança de precisão até obter estabilidade. Os espécimes foram imersos em recipientes plásticos com 7,5 ml de água destilada e deionizada em estufa a 37°C durante 7 dias, quando foram removidos da água, lavados com água destilada e deionizada, secos com papel absorvente e colocados novamente em desumidificador até obter estabilidade da massa final. O teste foi realizado também mantendo os corpos de prova em água destilada por um período de 30 dias. A perda de massa foi expressa em porcentagem da massa original.

### **Alteração dimensional**

O teste de alteração dimensional foi realizado segundo Carvalho-Junior et al (15). Corpos de prova com 3,58 mm de altura e 3,00 mm de diâmetro foram confeccionados (n=8), mantidos em estufa a 95% de umidade e 37°C, por um período 3 vezes maior que o tempo de presa definido para o material. A seguir, os corpos de prova foram submetidos a acabamento e polimento com lixa d'água de granulação 600. O comprimento de cada corpo de prova foi mensurado utilizando um paquímetro digital (Mitutoyo, Suzano, SP, Brasil). Na sequência, foram acondicionados individualmente em frascos contendo 2,24 mL de água destilada a 37 °C por 30 dias. Após este período de tempo, as amostras foram removidas dos recipientes, secas em papel absorvente e foram feitas novas leituras da altura. A variação do comprimento do corpo de prova, antes e depois da armazenagem, expressa em porcentagem foi calculada usando a equação:  $L_{30}-L/L \times 100$ , onde  $L_{30}$  é o comprimento da amostra, após 30 dias de armazenamento, e  $L$  é o comprimento inicial da amostra. O teste foi repetido 3 vezes e segundo a ISO, não deve exceder 1,0% de contração ou 0,1% de expansão.

### **Alteração volumétrica em Micro-CT**

Foi realizada análise da alteração volumétrica dos cimentos obturadores utilizando o microtomógrafo SkyScan 1176 (Bruker-microCT, Kontich, Bélgica). Para a realização desse teste, modelos transparentes à base de resina acrílica foram confeccionados usando peças metálicas com um formato que permite a obtenção de blocos de resina com cavidades de 3

mm de profundidade e 1 mm de diâmetro. As cavidades foram preenchidas por um único operador treinado, com cada um dos materiais logo após sua manipulação. As amostras foram deixadas por três vezes o tempo de presa de cada material em estufa a 37°C e em umidade relativa. Os escaneamentos foram realizados logo após a presa dos materiais e nos períodos de 7 e 30 dias, sendo mantidos imersos em água destilada entre esses períodos experimentais. Os parâmetros de escaneamento foram: voltagem de 50 kv, corrente de 500  $\mu$ A, 18  $\mu$ m de tamanho de pixels e rotação de 360°. Cada escaneamento consistiu de 721 imagens tif. A partir destas imagens, foi realizada a análise quantitativa das amostras, permitindo o cálculo do volume total do material em  $\text{mm}^3$ .

As reconstruções das imagens foram realizadas no programa *NRecon* (V1.6.4,7; SkyScan, Bélgica). As imagens reconstruídas em 3D nos diferentes períodos foram sobrepostas no programa *Data Viewer* e analisadas no programa *CTAn* (V1.11.8; SkyScan, Bélgica). O preenchimento foi determinado pelo cálculo do volume total das cavidades preenchidas com o material inicialmente e após a imersão em água destilada nos dois períodos experimentais. Um modelo 3D das cavidades preenchidas foi obtido utilizando o programa *CTVol*.

## **Porosidade**

O teste convencional para avaliação da porosidade foi realizado utilizando microscopia óptica, segundo estudo de Camilleri e Mallia (8) modificado. A microestrutura do material foi observada em espécimes retangulares medindo 8 x 10 mm e 5 mm de altura que foram preparados e armazenados em estufa por 24 horas a 37°C e 100% de umidade. Subsequentemente, foram retirados do molde e armazenados em água destilada por 7 dias após serem seccionados em metades ao longo de sua secção transversal com um micrótomo de corte Isomet 1000 (Buehler Ltda, Lake Bluff, IL, EUA). Posteriormente, os espécimes foram polidos usando papel de carboneto de silício de granulação fina. As superfícies dos espécimes foram visualizadas sob um microscópio óptico invertido nas ampliações de 50 e 200 vezes. As imagens da superfície do cimento foram capturadas e importadas para o programa *Image Tool* versão 3.0, onde foram analisadas quantitativamente quanto à presença de poros.

### **Análise da porosidade em Micro-CT**

A análise da porosidade foi realizada por meio de Micro CT baseada no estudo de De Souza et al (17). Corpos de prova em forma de anéis de  $4,0 \pm 0,1$  mm de altura e  $7 \pm 0,1$  mm de diâmetro foram confeccionados. O conjunto foi mantido a umidade de 95% em estufa a 37 °C durante 7 dias para permitir a presa completa dos cimentos.

As amostras foram examinadas por meio de microtomógrafo computadorizado (Micro-CT SkyScan 1176, Bruker-microCT, Kontich, Bélgica) após a presa dos materiais e após imersão em água destilada pelos períodos de 7 e 30 dias. Os parâmetros para escaneamento foram: voltagem de 80 kv, corrente de 313  $\mu$ A, 8.74  $\mu$ m de tamanho de pixels e rotação de 360°. A partir destas imagens, foi realizada a análise quantitativa das amostras, permitindo o cálculo da porosidade do material nos 3 períodos experimentais. Reconstrução tridimensional, análise volumétrica e mensuração da porosidade foram realizadas por meio dos softwares *NRecon*, *CTAn* e *CTVol* (SkyScan, Bélgica). Foram avaliadas porosidade aberta, fechada e porosidade total dos materiais.

### **Análise estatística**

Para todos os testes, os resultados obtidos foram submetidos a um teste de normalidade, e posteriormente submetidos ao teste estatístico paramétrico ANOVA e ao teste de comparações múltiplas de Tukey, com 5% de significância.

## Resultados

### Alteração dimensional e solubilidade

MTA Fillapex mostrou o maior valor de alteração dimensional e AH Plus o menor ( $P < .05$ ). Aos 7 e 30 dias a solubilidade foi maior para MTA Fillapex ( $P < .05$ ).

**TABELA 2-** Média e desvio padrão dos resultados de alteração dimensional e solubilidade dos materiais obturadores avaliados

<b>Materiais/Testes</b>	<b>AHP</b>	<b>EDF</b>	<b>MTAF</b>
<b>Alteração dimensional (%)</b>	0,56( $\pm$ 0,17) <sup>c</sup>	-0,76( $\pm$ 0,14) <sup>b</sup>	-1,69 ( $\pm$ 0,24) <sup>a</sup>
<b>Solubilidade 7 dias (%)</b>	0,11( $\pm$ 0,13) <sup>b</sup>	-1,59( $\pm$ 0,17) <sup>b</sup>	-22,03( $\pm$ 2,00) <sup>a</sup>
<b>Solubilidade 30 dias (%)</b>	0,40( $\pm$ 0,27) <sup>b</sup>	-2,49( $\pm$ 0,62) <sup>b</sup>	-25,63( $\pm$ 5,84) <sup>a</sup>

<sup>a,b,c</sup>Letras diferentes indicam diferença estatística significativa entre os grupos experimentais ( $P < .05$ ).

### Alteração volumétrica

Após 7 dias, AH Plus e Endofill apresentaram pequeno aumento volumétrico, sem diferença estatística entre eles ( $P > .05$ ). Após 30 dias, AH Plus e Endofill apresentaram redução volumétrica com AH Plus apresentando os menores valores. MTA Fillapex apresentou redução volumétrica, com alterações significativas nos dois períodos.

**TABELA 3.** Média e desvio padrão dos resultados de alteração volumétrica (%) após 7 e 30 dias dos materiais obturadores avaliados por meio de Micro-CT

Materiais/Testes	AHP	EDF	MTAF
Alteração volumétrica 7 dias (%)	0,32 ( $\pm 0,13$ ) <sup>a</sup>	0,90 ( $\pm 0,45$ ) <sup>a</sup>	-11,14 ( $\pm 1,10$ ) <sup>b</sup>
Alteração volumétrica 30 dias (%)	-0,16 ( $\pm 0,36$ ) <sup>a</sup>	-9,84 ( $\pm 2,40$ ) <sup>c</sup>	-20,33 ( $\pm 3,28$ ) <sup>b</sup>

<sup>a,b,c</sup>Letras diferentes indicam diferença estatística significativa entre os grupos experimentais ( $P < .05$ ).

### Porosidade em microscopia

A porosidade foi maior para MTA Fillapex, seguido por Endofill e menor para AH Plus (Tabela 4). Imagens capturadas com aumento de 50 vezes podem ser observadas na Figura 1.

**TABELA 4.** Média e desvio padrão dos resultados de porosidade (número de poros) dos materiais obturadores avaliados

Materiais/Testes	AHP	EDF	MTAF
Porosidade	16,17 ( $\pm 4,36$ ) <sup>a</sup>	42,67 ( $\pm 12,60$ ) <sup>c</sup>	103,7 ( $\pm 32,54$ ) <sup>b</sup>

<sup>a,b,c</sup>Letras diferentes indicam diferença estatística significativa entre os grupos experimentais ( $P < .05$ ).



**Figura 1 (a,b,c):** Aspecto da porosidade dos cimentos AHP (a),MTAF (b) e EDF (c) em aumento de 50 vezes observados em microscópio digital invertido.

### Porosidade em Micro-CT

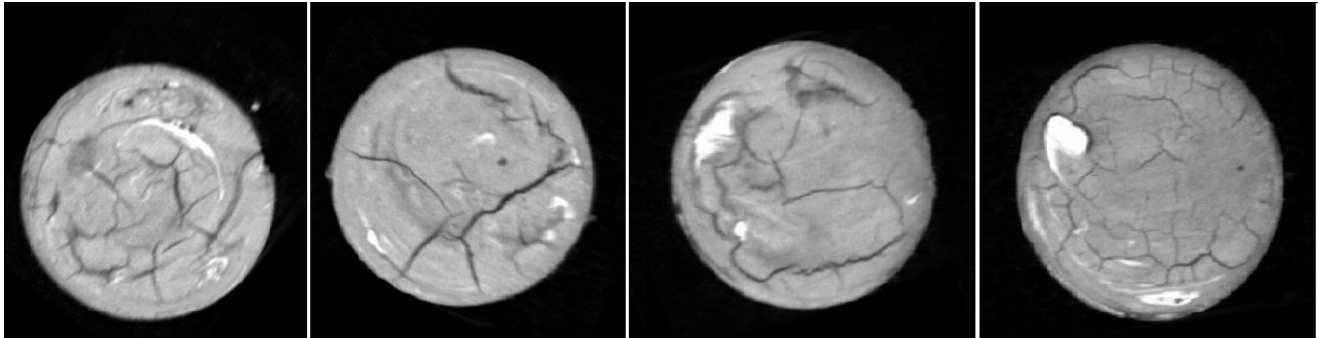
Os valores de porosidade observados para os materiais estão descritos na Tabela 5. As porosidades aberta e total foram maiores para MTA Fillapex nos períodos inicial e após 7 dias e não houve diferença estatística significativa entre AH Plus e Endofill nos três períodos. Após 30 dias não foi possível avaliar o grupo representado pelo MTA Fillapex em função da desintegração do material e formação de trincas em todos os corpos de prova avaliados (Figura 2). Endofill foi o material que apresentou maior porosidade fechada nos três períodos ( $P < .05$ ). AH Plus apresentou um aumento nas porosidades aberta e total entre os períodos inicial e após 7 dias e se manteve após 30 dias. A porosidade fechada aumentou após 7 dias e regrediu após 30 dias. MTA Fillapex e Endofill mantiveram seus valores de porosidade nos períodos avaliados ( $P > .05$ ). Modelo 3D confeccionado no programa *CTVol* com os diferentes materiais pode ser visualizado na Figura 3.

**TABELA 5.** Média e desvio padrão dos resultados de porosidade aberta, fechada e total (%) dos materiais nos períodos inicial, após 7 e 30 dias.

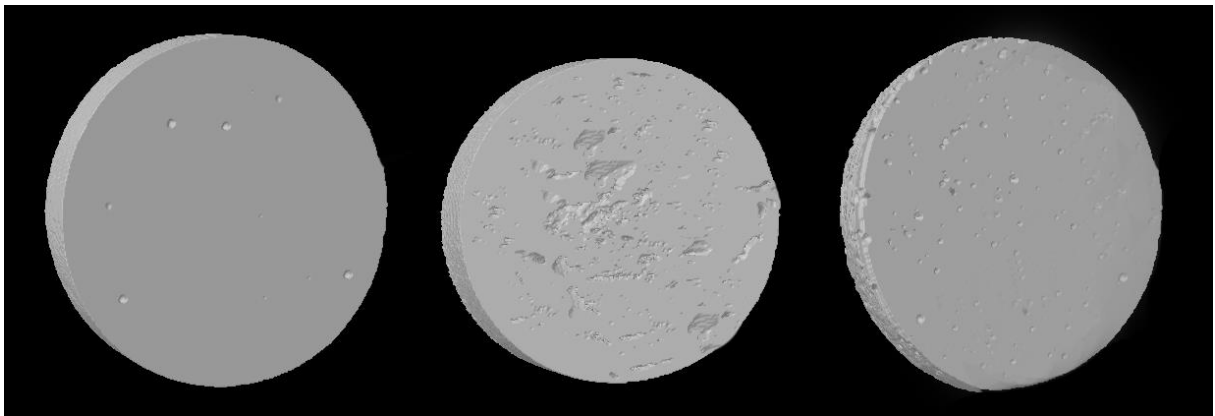
Grupos/Testes	AHP	MTAF	EDF
Porosidade Aberta Inicial (%)	2,47 ( $\pm 0,74$ ) <sup>a,A</sup>	74,29 ( $\pm 9,30$ ) <sup>b,A</sup>	4,33 ( $\pm 0,85$ ) <sup>a,A</sup>
Porosidade Aberta 7 dias (%)	4,09 ( $\pm 1,04$ ) <sup>a,B</sup>	77,80 ( $\pm 7,75$ ) <sup>b,A</sup>	4,01 ( $\pm 0,87$ ) <sup>a,A</sup>
Porosidade Aberta 30 dias (%)	3,42 ( $\pm 1,23$ ) <sup>a,AB</sup>	-	4,16 ( $\pm 1,09$ ) <sup>a,A</sup>
Porosidade Fechada Inicial (%)	0,05 ( $\pm 0,02$ ) <sup>a,AB</sup>	0,12 ( $\pm 0,07$ ) <sup>a,A</sup>	0,47 ( $\pm 0,09$ ) <sup>b,A</sup>
Porosidade Fechada 7 dias (%)	0,10 ( $\pm 0,04$ ) <sup>a,A</sup>	0,10 ( $\pm 0,04$ ) <sup>a,A</sup>	0,47 ( $\pm 0,08$ ) <sup>b,A</sup>
Porosidade Fechada 30 dias (%)	0,02 ( $\pm 0,01$ ) <sup>a,B</sup>	-	0,47 ( $\pm 0,09$ ) <sup>b,A</sup>
Porosidade Total Inicial (%)	2,70 ( $\pm 1,09$ ) <sup>a,A</sup>	74,31 ( $\pm 9,64$ ) <sup>b,A</sup>	4,96 ( $\pm 0,75$ ) <sup>a,A</sup>
Porosidade Total 7 dias (%)	4,30 ( $\pm 1,05$ ) <sup>a,B</sup>	79,94 ( $\pm 7,99$ ) <sup>b,A</sup>	4,37 ( $\pm 1,01$ ) <sup>a,A</sup>
Porosidade Total 30 dias (%)	3,10 ( $\pm 0,79$ ) <sup>a,AB</sup>	-	4,51 ( $\pm 0,96$ ) <sup>a,A</sup>

<sup>a,b</sup> Letras minúsculas diferentes na mesma linha indicam diferença estatística significativa entre os grupos experimentais no mesmo período ( $p < 0,05$ ).

<sup>A,B</sup> Letras maiúsculas diferentes na mesma coluna indicam diferença estatística significativa entre o mesmo grupo em diferentes períodos ( $p < 0,05$ ).



**Figura 2:** Imagens capturadas no programa *CTAn* ilustrando imagens microtomográficas de espécimes do MTA Fillapex após imersão em água destilada pelo período de 30 dias.



**Figura 3:** Modelo 3D confeccionado no programa *CTVol* ilustrando imagens microtomográficas da porosidade dos materiais AH Plus, MTA Fillapex e Endofill, respectivamente, no período inicial.

### Discussão

No presente estudo cimentos obturadores foram avaliados quanto à solubilidade (nos períodos de 7 e 30 dias) e alteração dimensional utilizando amostras baseado em Carvalho-Junior et al (15), com dimensões menores que as estabelecidas pela ISO 6876/2002 (4) ou ANSI/ADA nº 57 (3). A solubilidade é avaliada pelas normas ISO (4) após um período de 24 horas. No entanto, períodos maiores de análise são utilizados, variando de 48 horas a 78 dias (10, 19, 20, 21, 22). O período de 7 dias tem sido amplamente utilizado (23, 24, 25) e o período de 30 dias pode nos fornecer informações importantes sobre o comportamento dos materiais após um período de tempo mais extenso.

AH Plus e Endofill apresentaram valores de solubilidade dentro dos limites,  $0,11 \pm 0,13\%$  e  $-1,59 \pm 0,17\%$ , respectivamente, no período de 7 dias e  $0,40 (\pm 0,27)\%$  e  $-2,49 (\pm 0,62)\%$ , respectivamente, após 30 dias, enquanto MTA Fillapex apresentou valores acima do recomendado nos períodos de 7 ( $-22,03 \pm 2,00\%$ ) e 30 dias ( $-25,63 \pm 5,84\%$ ).

Viapiana et al (14) observaram solubilidade de  $-0.25 \pm 0.10\%$  para AH Plus e  $14.94 \pm 0.93\%$  para MTA Fillapex após 7 dias. Amoroso-Silva et al (13) obtiveram o resultado de  $0.20 \pm 0.01\%$  para AH Plus e  $14.22 \pm 1.41\%$  para MTA Fillapex, após 24 horas em água. Ambos os estudos concordam com o presente estudo observando valores de acordo com padrões ISO/ADA (3,4) para AH Plus e acima para MTA Fillapex. Marin-Bauza et al (11), após 7 dias, encontraram valor de solubilidade de  $0.58 \pm 0.36\%$  para AH Plus e  $0.21 \pm 0.04\%$  para Endofill, concluindo que ambos materiais estavam dentro dos limites estabelecidos pela ISO/ADA (3,4), também de acordo com nossos resultados.

Quanto ao teste de alteração dimensional, especificações da ANSI/ADA n°57 (3) e ISO 6876 (4) relatam que a contração não deve exceder 1,0% e a expansão 0,1%. Resultados do presente estudo mostraram que apenas o Endofill estava de acordo com as normas. MTA Fillapex foi o material com maior alteração, contraindo 1,69%. Viapiana et al (14) obtiveram resultados semelhantes, sendo que AH Plus e MTA Fillapex apresentaram valores acima do recomendado (expansão de 0,59% e contração de 1,65%, respectivamente). Flores et al (26) e Marin-Bauza et al (11) também observaram que o cimento AH Plus apresentou expansão acima das normas. Garrido et al (16) observaram valores de alteração dimensional segundo normas ISO/ADA (3,4) para o cimento Endofill e acima do padrão para o AH Plus.

A utilização da microtomografia computadorizada (Micro-CT) no presente estudo proporcionou análise volumétrica (em  $\text{mm}^3$ ) dos materiais, permitindo correlação da alteração volumétrica com as propriedades de solubilidade e alteração dimensional. Além disso, a solubilidade também tem sido associada à porosidade (27) afetando estabilidade, integridade e durabilidade dos cimentos (28).

Neste estudo, imagens capturadas no microscópio digital invertido nas ampliações de 50 e 200 vezes foram transferidas para o programa ImageTool versão 3.0, possibilitando a contagem dos poros nos cimentos e comparação quantitativa. Os materiais também foram avaliados por meio de Micro-CT, com a vantagem de não ser destrutivo, uma vez que o corte pode influenciar na mensuração do número e tamanho dos poros (29). Além disso, Micro-CT

fornece dados sobre porosidade aberta e fechada separadamente, sendo que poros fechados representam espaços vazios completamente circundados por material e poros abertos aqueles que têm algum tipo de contato com a superfície externa.

Borges et al (30) também observaram alta solubilidade para MTA Fillapex, e após análise em MEV, os autores observaram porosidade e fissuras na matriz de resina, concordando com nossos resultados de porosidade em microscopia e porosidade total e aberta em Micro-CT. A presença do óxido de bismuto no material pode estar relacionada com a redução da estabilidade molecular (27). Além disso, a resina salicilato presente no MTA Fillapex pode contribuir para a solubilidade, uma vez que este componente aumenta a absorção de água (31), além de se relacionar com a redução volumétrica inicial durante a reação de presa do material, aumentando o fator de contração (32), o que poderia justificar a grande alteração dimensional e redução volumétrica deste material no presente estudo.

Por outro lado, cimentos à base de resina epóxi são considerados de baixa contração podendo apresentar algum grau de expansão durante a reação de presa (13), o que explicaria a expansão ocorrida no AH Plus no teste de alteração dimensional e alteração volumétrica após 7 dias, além do aumento de massa observado no teste de solubilidade, sendo que os valores de solubilidade de AH Plus podem ser relacionados às ligações cruzadas em seus polímeros resinosos (30) que promovem baixa solubilidade (14, 33, 34). Para Endofill, a solubilidade observada após 7 e 30 dias no teste convencional e a redução dimensional e volumétrica após 30 dias podem ocorrer pela perda contínua de eugenol, causando um efeito de lixiviação, o que pode levar à desintegração do material (35).

Conclui-se que MTA Fillapex apresenta maior solubilidade, alteração dimensional, alteração volumétrica e porosidade, o que pode ser prejudicial para o uso clínico. Micro-CT mostrou-se como uma ferramenta adequada para análise de propriedades físico-químicas dos cimentos endodônticos.

## Referências

1. Cavenago BC, Pereira TC, Duarte MAH, Ordinola-Zapata R, Marciano MA, Bramante CM, Bernardineli N. Influence of powder-to-water ratio on radiopacity, setting time, pH, calcium ion release and a micro-CT volumetric solubility of white mineral trioxide aggregate. *Int Endod J* 2014;47:120-6.
2. Williamson AE, Dawson DV, Drake DR, Walton RE, Rivera EM. Effect of root canal filling/sealer systems on apical endotoxin penetration: a coronal leakage evaluation. *J Endod* 2005;31:599–604.
3. American national standards institute/American dental association (ANSI/ADA). Specification no. 57 ADA. Laboratory testing methods: endodontic filling and sealing materials. Endodontic sealing materials. Chicago, USA, 2000.
4. International Organization for Standardization Dentistry (ISO). ISO 6876. Root canal sealing materials. British Standards Institution. London, UK, 2001.
5. Dieter G. Elements of the theory of plasticity. In: Dieter G, editor. Mechanical metallurgy. London: McGraw Hill; 1988. p. 69–102.
6. Antonijevic D, Medigovic I, Zrilic M, Jokic B, Vukovic Z, Todorovic L. The influence of different radiopacifying agents on the radiopacity, compressive strength, setting time, and porosity of Portland cement. *Clin Oral Investig* 2013;18:1597-1604.
7. Barros J, Silva MG, Rodrigues MA, Alves FR, Lopes MA, Pina-Vaz I, Siqueira Jr JF. Antibacterial, physicochemical and mechanical properties of endodontic sealers containing quaternary ammonium polyethylenimine nanoparticles. *Int Endod J* 2014;47:725-34.
8. Camilleri J, Mallia B. Evaluation of the dimensional changes of mineral trioxide aggregate sealer. *Int Endod J* 2011;44:416-24.
9. Mitchell CA, Douglas WH. Comparison of the porosity of hand-mixed and capsulated glass-ionomer luting cements. *Biomaterials* 1997;18:1127-31
10. Schäfer E, Bering N, Bürklein S. Selected physicochemical properties of AH Plus, EndoREZ and RealSeal SE root canal sealers. *Odontology* 2015;103:61-5.
11. Marin-Bauza GA, Rached-Junior FJ, Souza-Gabriel AE, Sousa-Neto MD, Miranda CE, Silva-Sousa YT. Physicochemical properties of methacrylate resin-based root canal sealers. *J Endod* 2010;36:1531-6.
12. Assmann E, Böttcher DE, Hoppe CB, Grecca FS, Kopper PM. Evaluation of bone tissue response to a sealer containing mineral trioxide aggregate. *J Endod* 2015;41:62-6.
13. Amoroso-Silva PA, Guimarães BM, Marciano MA, Duarte MA, Cavenago BC, Ordinola-Zapata R, Almeida MM, Moraes IG. Microscopic analysis of the quality of

- obturation and physical properties of MTA Fillapex. *Microsc Res Tech* 2014;77:1031-6.
14. Viapiana R, Flumignan DL, Guerreiro-Tanomaru JM, Camilleri J, Tanomaru-Filho M. Physicochemical and mechanical properties of zirconium oxide and niobium oxide modified Portland cement-based experimental endodontic sealers. *Int Endod J* 2014;47:437-48.
  15. Carvalho-Junior JR, Correr-Sobrinho L, Correr AB, Sinhoreti MA, Consani S, Sousa-Neto MD. Solubility and dimensional change after setting of root canal sealers: a proposal for smaller dimensions of test samples. *J Endod* 2007;33:1110-6.
  16. Garrido AD, Lia RC, Franca SC, da Silva JF, Astolfi-Filho S, Sousa-Neto MD. Laboratory evaluation of the physicochemical properties of a new root canal sealer based on Copaifera multijuga oil-resin. *Int Endod J* 2010;43:283-91.
  17. De Souza ET, Nunes Tameirão MD, Roter JM, De Assis JT, De Almeida Neves A, De-Deus GA. Tridimensional quantitative porosity characterization of three set calcium silicate-based repair cements for endodontic use. *Microsc Res Tech* 2013;76:1093-8.
  18. Schafer E, Zandbiglari T. Solubility of root-canal sealers in water and artificial saliva. *Int Endod J* 2003;36:660-9.
  19. Fridland M, Rosado R. MTA solubility: a long term study. *J Endod*. 2005;31:376-379.
  20. Ceci M, Beltrami R, Chiesa M, Colombo M, Poggio C. Biological and chemical-physical properties of root-end filling materials: A comparative study. *J Conserv Dent* 2015;18:94-9.
  21. Singh S, Podar R, Dadu S, Kulkarni G, Purba R. Solubility of a new calcium silicate-based root-end filling material. *J Conserv Dent* 2015;18:149-53.
  22. Samiei M, Shahi S, Aslaminabadi N, Valizadeh H, Aghazadeh Z, Pakdel SM. A new simulated plasma for assessing the solubility of mineral trioxide aggregate. *Iran Endod J* 2015;10:30-4.
  23. Dawood AE, Manton DJ, Parashos P, Wong RH, Palamara JE, Stanton DP, Reynolds EC. The physical properties and ion release of CPP-ACP-modified calcium silicate-based cements. *Aust Dent J* 2014; doi: 10.1111/adj.12255.
  24. Tanomaru-Filho M, Garcia AC, Bosso-Martelo R, Berbert FL, Nunes Reis JM, Guerreiro-Tanomaru JM. Influence of addition of calcium oxide on physicochemical properties of Portland cement with zirconium or niobium oxide. *J Conserv Dent* 2015;18:105-8.
  25. Abbaszadegan A, Sedigh Shams M, Jamshidi Y, Parashos P, Bagheri R. Effect of calcium chloride on physical properties of calcium-enriched mixture cement. *Aust Endod J* 2015; doi: 10.1111/aej.12101.

26. Flores DSH, Rached-Junior F JA, Versiani MA, Guedes DFC, Sousa-Neto MD, Pecora JD. Evaluation of physicochemical properties of four root canal sealers. *Int Endod J* 2011;44:126-35.
27. Coomaraswamy K, Lumley P, Hofmann M. Effect of bismuth oxide radiopacifier content on the material properties of an endodontic portland cement-based (MTA-like) system. *J End* 2007;33:295-8.
28. Mutal L, Gani O. Presence of pores and vacuoles in set endodontic sealers. *Int Endod J* 2005;38:690-6.
29. Uyanik MO, Nagas E, Cubukcu HE, Dagli F, Cehreli ZC. Surface porosity of hand-mixed, syringe-mixed and encapsulated set endodontic sealers. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod* 2010;109:117-22.
30. Borges RP, Sousa-Neto MD, Versiani MA, Rached-Júnior FA, De-Deus G, Miranda CE, et al. Changes in the surface of four calcium silicate-containing endodontic materials and an epoxy resin-based sealer after a solubility test. *Int End J* 2012;45:419-28.
31. Portella FF, Collares FM, Santos PD, Sartori C, Wegner E, Leitune VC, Samuel SM. Glycerol Salicylate-based Pulp-Capping Material Containing Portland Cement. *Braz Dent J* 2015;26:357-62.
32. Orstavik D, Nordahl I, Tibballs JE. Dimensional change following setting of root canal sealer materials. *Dent Mater* 2001;17:512-9.
33. Versiani MA, Carvalho-Junior JR, Padilha MI, 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;39:464-71.
34. Ruiz-Linares M, Bailón-Sánchez ME, Baca P, Valderrama M, Ferrer-Luque CM. Physical properties of AH Plus with chlorhexidine and cetrimide. *J End* 2013;39:1611-4.
35. Wilson AD, Batchelor RF. Zinc oxide-eugenol cements: II. Study of erosion and disintegration. *J Dent Res* 1970;49:593-8.

## 7 CONCLUSÃO

- Segundo capítulo 1, Biodentine apresenta capacidade de preenchimento volumétrico, porém maior alteração volumétrica que MTA após 30 dias.
- Segundo capítulo 2, embora MTA e OZE apresentem melhor escoamento linear, MTA e Biodentine mostram melhor preenchimento volumétrico.
- Segundo capítulo 3, MTA apresenta maior porosidade total quando avaliado por microscopia, Fluid-uptake e no período inicial em Micro-CT. A solubilidade convencional de MTA é semelhante a BIO e OZE após 30 dias e maior no Fluid uptake. Solubilidade, porosidade e Fluid uptake apresentam resultados complementares.
- Segundo capítulo 4, MTA Fillapex apresenta maior solubilidade, alteração dimensional, alteração volumétrica e porosidade quando comparado ao Endofill e AH Plus.
- Micro-CT é uma ferramenta importante para análise de materiais complementando testes convencionais e os métodos propostos podem aperfeiçoar a análise de propriedades físico-químicas.

**REFERÊNCIAS\***

1. American national standards institute/American dental association. Specification no. 57 : laboratory testing methods: endodontic filling and sealing materials. Endodontic sealing materials. Chicago: ANSI/ADA; 2000.
2. Amoroso-Silva PA, Guimarães BM, Marciano MA, Duarte MA, Cavenago BC, Ordinola-Zapata R, et al. Microscopic analysis of the quality of obturation and physical properties of MTA Fillapex. *Microsc Res Tech.* 2014; 77(12): 1031-6.
3. Antonijevic D, Medigovic I, Zrilic M, Jokic B, Vukovic Z, Todorovic L. The influence of different radiopacifying agents on the radiopacity, compressive strength, setting time, and porosity of Portland cement. *Clin Oral Investig.* 2013; 18(6): 1597-604.
4. Arias-Moliz MT, Ruiz-Linares M, Cassar G, Ferrer-Luque CM, Baca P, Ordinola-Zapata R, et al. The effect of benzalkonium chloride additions to AH Plus sealer. Antimicrobial, physical and chemical properties. *J Dent.* 2015; 43 (7): 846-54.
5. Assmann E, Böttcher DE, Hoppe CB, Grecca FS, Kopper PM. Evaluation of bone tissue response to a sealer containing mineral trioxide aggregate. *J Endod.* 2015; 41(1): 62-6.
6. Barros J, Silva MG, Rodrigues MA, Alves FR, Lopes MA, Pina-Vaz I, et al. Antibacterial, physicochemical and mechanical properties of endodontic sealers containing quaternary ammonium polyethylenimine nanoparticles. *Int Endod J.* 2014; 47(8): 725-34.
7. Basturk FB, Nekoofar MH, Gunday M, Dummer PM. Effect of various mixing and placement techniques on the flexural strength and porosity of mineral trioxide aggregate. *J Endod.* 2014; 40(3): 441-5.
8. Borges RP, Sousa-Neto MD, Versiani MA, Rached-Júnior FA, De-Deus G, Miranda CE, et al. Changes in the surface of four calcium silicate-containing endodontic materials and an epoxy resin-based sealer after a solubility test. *Int End J.* 2012; 45(5): 419–28.
9. Camilleri J, Mallia B. Evaluation of the dimensional changes of mineral trioxide aggregate sealer. *Int Endod J.* 2011; 44(5): 416-24.
10. Canadas PS, Berastegui E, Gatón-Hernandez P, Silva LA, Leite GA, Silva RS. Physicochemical properties and interfacial adaptation of root canal sealers. *Braz Dent J.* 2014; 25(5): 435-41.
11. Carvalho-Junior JR, Correr-Sobrinho L, Correr AB, Sinhoreti MA, Consani S, Sousa-Neto MD. Solubility and dimensional change after setting of root canal sealers: a proposal for smaller dimensions of test samples. *J Endod.* 2007; 33(9): 1110-6.

\* De acordo com o Guia de Trabalhos Acadêmicos da FOAr, adaptado das Normas Vancouver. Disponível no site da Biblioteca: <http://www.foar.unesp.br/#biblioteca/manual>.

12. Carvalho-Júnior JR, Guimarães LF, Correr-Sobrinho L, Pécora JD, Sousa-Neto MD. Evaluation of solubility, disintegration, and dimensional alterations of a glass ionomer root canal sealer. *Braz Dent J.* 2003; 14(2): 114-8.
13. Cavenago BC, Pereira TC, Duarte MAH, Ordinola-Zapata R, Marciano MA, Bramante CM, et al. Influence of powder-to-water ratio on radiopacity, setting time, pH, calcium ion release and a micro-CT volumetric solubility of white mineral trioxide aggregate. *Int Endod J.* 2014; 47(2): 120-6.
14. De Souza ET, Nunes Tameirão MD, Roter JM, De Assis JT, De Almeida Neves A, De-Deus GA. Tridimensional quantitative porosity characterization of three set calcium silicate-based repair cements for endodontic use. *Microsc Res Tech.* 2013; 76(10): 1093-8.
15. Dieter G. Elements of the theory of plasticity. In: Dieter G, editor. *Mechanical metallurgy.* London: McGraw Hill; 1988. p. 69–102.
16. Duarte MA, Ordinola-Zapata R, Bernardes RA, Bramante CM, Bernardineli N, Garcia RB, et al. Influence of calcium hydroxide association on the physical properties of AH Plus. *J Endod.* 2010; 36(6): 1048-51.
17. Flores DSH, Rached-Junior F JA, Versiani MA, Guedes DFC, Sousa-Neto MD, Pecora JD. Evaluation of physicochemical properties of four root canal sealers. *Int Endod J.* 2011; 44(2): 126-35.
18. Gandolfi MG, Iacono F, Agee K, Siboni F, Tay F, Pashley DH, et al. Setting time and expansion in different soaking media of experimental accelerated calcium-silicate cements and ProRoot MTA. *Oral Surg, Oral Med, Oral Pathol, Oral Rad Endod.* 2009; 108(6): 39–45.
19. Gandolfi MG, Siboni F, Botero T, Bossù M, Riccitiello F, Prati C. Calcium silicate and calcium hydroxide materials for pulp capping: biointeractivity, porosity, solubility and bioactivity of current formulations. *J Appl Biomater Funct Mater.* 2015; 13(1): 43-60.
20. Garrido AD, Lia RC, Franca SC, da Silva JF, Astolfi-Filho S, Sousa-Neto MD. Laboratory evaluation of the physicochemical properties of a new root canal sealer based on Copafiera multijuga oil-resin. *Int Endod J.* 2010; 43(4): 283–91.
21. Grech L, Mallia B, Camilleri J. Investigation of the physical properties of tricalcium silicate cement-based root-end filling materials. *Dent Mater.* 2013; 29(2): 20-8.
22. Guerreiro-Tanomaru JM, Duarte MAH, Gonçalves M, Tanomaru-Filho M. Radiopacity evaluation of root canal sealers containing calcium hydroxide and MTA. *Braz Oral Res.* 2009; 23(2): 123-9.
23. International Organization for Standardization Dentistry. ISO 6876: Root canal sealing materials. British Standards Institution. London: ISO; 2002.

24. Jacobovitz M, Vianna ME, Pandolfelli VC, Oliveira IR, Rossetto HL, Gomes BP. Root canal filling with cements based on mineral aggregates: an in vitro analysis of bacterial microleakage. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod.* 2009; 108(1): 140-4.
25. Kontakiotis EG, Tzanetakis GN, Loizides AL. A comparative study of contact angles of four different root canal sealers. *J Endod.* 2007; 33(3): 299–302.
26. Koubi G, Colon P, Franquin JC, Hartmann A, Richard G, Faure MO, et al. Clinical evaluation of the performance and safety of a new dentine substitute, Biodentine, in the restoration of posterior teeth - a prospective study. *Clin Oral Investig.* 2013; 17(1): 243-9.
27. Koubi S, Elmerini H, Koubi G, Tassery H, Camps J. Quantitative evaluation by glucose diffusion of microleakage in aged calcium silicate-based open-sandwich restorations. *Int J Dent.* 2012; 2012:105863. doi:10.1155/2012/105863.
28. Laurent P, Camps J, De Meo M, Dejoux J, About I. Induction of specific cell responses to a Ca(3)SiO(5)-based posterior restorative material. *Dent Mater.* 2008; 24(11): 1486–94.
29. Laurent P, Camps J, About I. Biodentine(TM) induces TGF-beta1 release from human pulp cells and early dental pulp mineralization. *Int Endod J.* 2012; 45(5): 439-48.
30. Marín-Bauza GA, Silva-Sousa YTC, Cunha SA, Abi Rached-Junior FJ, Bonetti-Filho I, Sousa-Neto MD, et al. Physicochemical properties of endodontic sealers of different bases. *J Appl Oral Sci.* 2012; 20(4): 455-61.
31. Marin-Bauza GA, Rached-Junior FJ, Souza-Gabriel AE, Sousa-Neto MD, Miranda CE, Silva-Sousa YT. Physicochemical properties of methacrylate resin-based root canal sealers. *J Endod.* 2010; 36(9): 1531-6.
32. Massi S, Tanomaru-Filho M, Silva GF, Duarte MA, Grizzo LT, Buzalaf MA, et al. pH, calcium ion release, and setting time of an experimental mineral trioxide aggregate-based root canal sealer. *J Endod.* 2011; 37(6): 844-6.
33. Meder-Cowherd L, Williamson AE, Johnson WT, Vasilescu D, Walton R, Qian F. Apical morphology of the palatal roots of maxillary molars by using micro-computed tomography. *J Endod.* 2011; 37(8): 1162-5.
34. Metzger Z, Zary R, Cohen R, Teperovich E, Paque F. The quality of root canal preparation and root canal obturation in canals treated with rotary versus self-adjusting files: a three-dimensional micro-computed tomographic study. *J Endod.* 2010; 36(9): 1569-73.
35. Nekoofar MH, Davies TE, Stone D, Basturk FB, Dummer PM. Microstructure and chemical analysis of blood-contaminated mineral trioxide aggregate. *Int Endod J.* 2011; 44(11): 1011-8.

36. Nielsen RB, Alyassin AM, Peters DD, Carnes DL, Lancaster J. Microcomputed tomography: an advanced system for detailed endodontic research. *J Endod.* 1995; 21(11): 561-8.
37. Prati C, Gandolfi MG. Calcium silicate bioactive cements: Biological perspectives and clinical applications. *Dent Mater.* 2015; 31(4): 351-70.
38. Raskin A, Eschrich G, Dejou J, About I. In vitro microleakage of Biodentine as a dentin substitute compared to Fuji II LC in cervical lining restorations. *J Adhes Dent.* 2012; 14(6): 535-42.
39. Rhodes JS, Ford TR, Lynch JA, Liepins PJ, Curtis RV. Micro-computed tomography: a new tool for experimental endodontology. *Int Endod J.* 1999; 32(3): 165-70.
40. Santos AD, Moraes JC, Araujo EB, Yukimitu K, Valerio Filho WV. Physico-chemical properties of MTA and a novel experimental cement. *Int Endod J.* 2005; 38(7): 443-7.
41. Schäfer E, Bering N, Bürklein S. Selected physicochemical properties of AH Plus, EndoREZ and RealSeal SE root canal sealers. *Odontology.* 2015; 103(1): 61-5.
42. Somma F, Cretella G, Carotenuto M, Pecci R, Bedini R, De Biasi M, et al. Quality of thermoplasticized and single point root fillings assessed by micro-computed tomography. *Int Endod J.* 2011; 44(4): 362-9.
43. Sonntag D, Ritter A, Burkhart A, Fischer J, Mondrzyk A, Ritter H. Experimental amine-epoxide sealer: a physicochemical study in comparison with AH Plus and EasySeal. *Int Endod J.* 2015; 48(8): 747-56.
44. Swain MV, Xue J. State of the art of Micro-CT applications in dental research. *Int J Oral Sci.* 2009; 1(4): 177-88.
45. Tanomaru JM, Tanomaru-Filho M, Hotta J, Watanabe E, Ito IY. Antimicrobial activity of endodontic sealers based on calcium hydroxide and MTA. *Acta Odontol Latinoam.* 2008; 21(2): 147-51.
46. Tanomaru-Filho M, Luis MR, Leonardo MR, Tanomaru JM, Silva LA. Evaluation of periapical repair following retrograde filling with different root-end filling materials in dog teeth with periapical lesions. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod.* 2006; 102(1): 127-32.
47. Torabinejad M, Watson TF, Pitt Ford TR. Sealing ability of a mineral trioxide aggregate when used as a root end filling material. *J Endod.* 1993; 19(12): 591-5.
48. Tran XV, Gorin C, Willig C, Baroukh B, Pellat B, Decup F, et al. Effect of a calcium-silicate-based restorative cement on pulp repair. *J Dent Res.* 2012; 91(12): 1166-71.
49. Tsurumachi T. Current strategy for successful periradicular surgery. *J Oral Sci.* 2013; 55(4): 267-73.

50. Viapiana R, Flumignan DL, Guerreiro-Tanomaru JM, Camilleri J, Tanomaru-Filho M. Physicochemical and mechanical properties of zirconium oxide and niobium oxide modified Portland cement-based experimental endodontic sealers. *Int Endod J*. 2014; 47(5): 437-48.
51. Weckwerth PH, Lima FL, Greatti VR, Duarte MA, Vivan RR. Effects of the association of antifungal drugs on the antimicrobial action of endodontic sealers. *Braz Oral Res*. 2015; doi: 10.1590/1807-3107.
52. Williamson AE, Dawson DV, Drake DR, Walton RE, Rivera EM. Effect of root canal filling/sealer systems on apical endotoxin penetration: a coronal leakage evaluation. *J Endod*. 2005; 31(8): 599–604.
53. Zanini M, Sautier JM, Berdal A, Simon S. Biodentine induces immortalized murine pulp cell differentiation into odontoblast-like cells and stimulates biomineralization. *J Endod*. 2012; 38(9): 1220–6.
54. Zhou HM, Shen Y, Zheng W, Li L, Zheng YF, Haapasalo M. Physical properties of 5 root canal sealers. *J Endod*. 2013; 39(10): 1281-6.
55. Zicari F, Couthino E, De Munck J, Poitevin A, Scotti R, Naert I, et al. Bonding effectiveness and sealing ability of fiber-post bonding. *Dent Mater*. 2008; 24(7): 967-77.

**Não autorizo a reprodução deste trabalho até 28/03/2018.**

(Direitos de publicação reservado ao autor)

**Araraquara, 28 de março de 2016.**

**FERNANDA FERRARI ESTEVES TORRES**