

**UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA “JÚLIO DE MESQUITA FILHO”
FACULDADE DE ENGENHARIA
CAMPUS DE ILHA SOLTEIRA**

CAROLINA SOLFA MAGALHÃES

**DESENVOLVIMENTO DE UM CIMENTO OBTURADOR ENDODÔNTICO À BASE
DE HEXAMETAFOSFATO DE SÓDIO**

Ilha Solteira
2019



UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA
"JÚLIO DE MESQUITA FILHO"
Campus de Ilha Solteira

**PRORAMA DE PÓS GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA DOS MATERIAIS
DEPARTAMENTO DE FÍSICA E QUÍMICA**

CAROLINA SOLFA MAGALHÃES

**DESENVOLVIMENTO DE UM CIMENTO OBTURADOR ENDODÔNTICO À BASE
DE HEXAMETAFOSFATO DE SÓDIO**

Dissertação apresentada à Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira – UNESP como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Ciência dos Materiais, área de concentração Ciência e Engenharia de Materiais.

Prof. Dr. João Carlos Silos Moraes
Orientador

Prof. Dr. Fauze Ahmad Aouada
Coorientador

Ilha Solteira
2019

FICHA CATALOGRÁFICA
Desenvolvido pelo Serviço Técnico de Biblioteca e Documentação

M188d Magalhães, Carolina Solfa.
Desenvolvimento de um cimento obturador endodôntico à base de hexametáfosfato de sódio / Carolina Solfa Magalhães. -- Ilha Solteira: [s.n.], 2019
74 f. : il.

Dissertação (mestrado) - Universidade Estadual Paulista. Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira. Área de conhecimento: Ciência e Engenharia dos Materiais, 2019

Orientador: João Carlos Silos Moraes
Co-orientador: Fauze Ahmad Aouada
Inclui bibliografia

1. Hexametáfosfato de sódio. 2. Cimento obturador. 3. Tempo de presa. 4. Selabilidade. 5. Atividade antimicrobiana.


João José Barbosa
Serviço Técnico de Biblioteca e Documentação
Diretor Técnico
CRB 8-5642

CERTIFICADO DE APROVAÇÃO

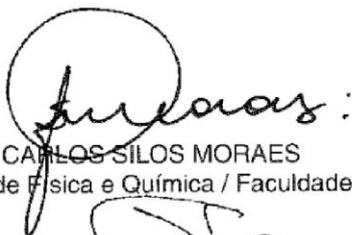
TÍTULO DA DISSERTAÇÃO: DESENVOLVIMENTO DE UM CIMENTO OBTURADOR ENDODÔNTICO À BASE DE HEXAMETAFOSFATO DE SÓDIO.

AUTORA: CAROLINA SOLFA MAGALHÃES

ORIENTADOR: JOAO CARLOS SILOS MORAES

COORIENTADOR: FAUZE AHMAD AOUADA

Aprovada como parte das exigências para obtenção do Título de Mestra em CIÊNCIA DOS MATERIAIS, área: Ciência e Engenharia dos Materiais pela Comissão Examinadora:



Prof. Dr. JOAO CARLOS SILOS MORAES
Departamento de Física e Química / Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira



Prof. Dr. ALAILSON DOMINGOS DOS SANTOS
Departamento de Prótese / Fundação Municipal de Educação e Cultura - FUNEC/Santa Fé do Sul



Prof. Dr. PAULO HENRIQUE DOS SANTOS
Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese / Faculdade de Odontologia de Araçatuba - UNESP

Ilha Solteira, 31 de julho de 2019

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho em especial a pessoa mais importante da minha vida, minha mãe Izabel Cristina, por estar presente e se fazer presente. Sempre me apoiando na vida acadêmica, me incentivando, ajudando a enfrentar os obstáculos, não me deixando desistir nos momentos de desânimo e se alegrando comigo nas conquistas. Te amo com todo o amor que há em mim. Este trabalho é pra você.

In memoriam aos meu queridos e amados avós, Izabel e Mário. Vocês foram o esteio da nossa família e os momentos que vivemos juntos nunca serão esquecidos. Sempre me ensinando a ser uma pessoa honesta e digna, como vocês foram. A saudade é apenas um momento que se findará, pois um dia nos veremos na eternidade. Amo vocês e sempre amarei.

Ao meu hoje namorado e melhor amigo Geovane, por todo o apoio durante todo este trajeto acadêmico, no qual sempre estive ao meu lado me apoiando e incentivando, aguentando meus choros e angústias, sempre com palavras de ânimo e boas risadas. Te amo meu querido companheiro. Te amo e te quero ao meu lado para sempre.

Ao meu pai Rubens por todo amor e apoio, mesmo distante fisicamente na maioria do tempo porém sempre me abençoando com suas orações e mensagens de incentivo. Obrigada por ser quem é, te amo muito.

AGRADECIMENTOS

Em primeiro lugar quero agradecer a Deus, o dono de tudo e da vida, pois sem Ele e sua misericórdia eu não teria forças pra continuar a jornada.

Aos meus pais, avós (*in memoriam*), namorado, amigos e familiares por sempre estarem presentes nesta jornada e contribuindo efetivamente para o sucesso desta fase da minha vida.

A minha querida amiga e prima Vanessa, pois sem sua ajuda e apoio antes mesmo do ingresso no mestrado e durante todo o período do mesmo, eu não teria conseguido realizar muitas ações e fases importantes deste trabalho. Obrigada por sua companhia durante minha estadia em Ilha Solteira e pelas boas e longas risadas que sempre demos.

A minha amiga de faculdade e da vida Nayara por toda ajuda durante este trabalho e por sempre ter uma palavra de conforto e fé em Deus. Obrigada por sua ajuda e amizade, que apesar dos obstáculos e correrias da nossa vida sempre me lembrarei com carinho de você.

Ao meu orientador Prof. Dr. João Carlos Silos Moraes por todos os ensinamentos e correções durante toda a realização deste trabalho. Sempre se fazendo presente e interessado no bom andamento da pesquisa. Obrigada por aguentar minhas ansiedades e sempre corrigir meus erros ao longo da jornada.

Ao meu orientador Prof. Dr. Fauze Ahmad Aouada por toda ajuda e ensinamentos. Sempre solícito e pronto pra me receber e atender. Por sua disposição em sempre resolver os entraves do trabalho com calma e gentileza. E principalmente pela disposição de se tornar meu orientador.

Ao Prof. Dr. Alailson Domingos dos Santos por todo auxílio e ensinamentos passados durante todo o período de mestrado, sempre prestadio e educado em todos os encontros para realização de análises e testes. Mesmo sem obrigação, sempre fazendo por carinho e dedicação com o ensino e pesquisa.

Aos companheiros do meu grupo de pesquisa Grupo de Vidros e Cerâmicas e aos do Grupo de Compósitos e Nanocompósitos Híbridos por toda contribuição para o bom andamento deste trabalho.

A Faculdade de Odontologia de Araçatuba, em especial ao Departamento de Odontopediatria por toda ajuda na realização de alguns testes.

Aos professores e funcionários da Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira por todo empenho e bom serviço prestado sempre.

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) - Código de Financiamento 001.

RESUMO

Este trabalho teve como objetivo o desenvolvimento de um cimento obturador endodôntico a base de hexametáfosfato de sódio. O cimento experimental desenvolvido foi constituído de um pó contendo hexametáfosfato de sódio, hidróxido de cálcio, clínquer, óxido de zircônio e solução aquosa de carboximetilcelulose. Foram investigadas as propriedades: tempo de presa, variação dimensional, selabilidade, radiopacidade, liberação de íons e poder antimicrobiano. O tempo de presa e a variação dimensional do cimento experimental foram controlados pelos constituintes hidróxido de cálcio e clínquer. O cimento experimental se mostrou bem radiopaco, com uma média de 3,2mmAl e se diferencia facilmente da dentina. O valor da média do tempo de presa foi de 367,00min e se mostrou ideal para uso clínico. As amostras apresentaram leve contração mostrando que o cimento pouco varia dimensionalmente. O cimento apresentou tamanhos ideais de halo de inibição contra os microrganismos *S. mutans*, *A. israeli*, *L. casei* e *C. albicans*, porém só não se mostrou eficaz contra a bactéria *E. faecalis*, sendo essa a mais resistente do trato bucal. A selabilidade apresentou uma média de $6,47 \times 10^4 \mu\text{L}/\text{cmH}_2\text{O} \cdot \text{min}$. O cimento também mostrou uma efetiva liberação de íons OH^- e íons Ca^{2+} nas primeiras 24 horas até manter constância em 72 horas, o que indica uma alta concentração destes íons proporcionando boa atividade antimicrobiana e formação de tecido mineralizado.

Palavras-chave: Hexametáfosfato de sódio. Cimento obturador. Atividade antimicrobiana. Tempo de presa. Selabilidade.

ABSTRACT

The purpose of this study was to develop an endodontic cement based on sodium hexametaphosphate. The developed experimental cement consists of a powder containing sodium hexametaphosphate, calcium hydroxide, clinker, zirconium oxide, and an aqueous solution of carboxymethylcellulose. The properties setting time, dimensional change, radiopacity, sealability, release ions and antimicrobial activity were investigated. The setting time and dimensional change were controlled by the calcium hydroxide and clinker constituents. The experimental cement was well radiopaque, with an average of 3.2mmAl and easily differs from dentin. The setting time of experimental cement is 367.00min and was ideal for clinical use. The samples showed some contraction showing that the cement varies little dimensionally. The cement presented inhibition halo against the *S. mutans*, *A. israeli*, *L. casei* and *C. albicans* microorganisms, but it was not effective against *E. faecalis* bacteria, being the most resistant to the oral tract. A selection shown an average of $6.47 \times 10^4 \mu\text{L} / \text{cmH}_2\text{O} \cdot \text{min}$. Cement also showed an effective release of OH^- and Ca^{2+} ions within the first 24 hours to maintain constancy at 72 hours, or indicating high efficiency in antimicrobial activity testing and mineralized tissue training.

Keywords: Sodium Hexametaphosphate. Root Canal Sealer. Antimicrobial activity. Setting time. Sealability

LISTA DE FIGURAS

Figura 1	- Anatomia de um elemento dentário.....	3
Figura 2	- A- Abertura coronária e limpeza da câmara pulpar. B- Câmara Pulpar limpa e seca.....	5
Figura 3	- A- Retirada da polpa necrosada com o auxílio de uma lima, B- Irrigação do Canal Radicular e C- Modelagem do Canal	6
Figura 4	- Canal preenchido com hidróxido de cálcio e sua difusão pelos túbulos dentinários.....	7
Figura 5	- A gutta-percha é besuntada no cimento obturador e inserida no canal radicular.....	7
Figura 6	- Clínquer em forma de esferas.....	11
Figura 7	- Estrutura química do Hexametáfosfato de Sódio	13
Figura 8	- Pó do óxido de zircônio e sua embalagem comercial.....	16
Figura 9	- Estrutura do dímero da carboximetilcelulose (sal de sódio)	17
Figura 10	- Equipamento e reagentes montados para a preparação da solução de CMC.....	19
Figura 11	- Cabine com temperatura e umidade controlada.....	21
Figura 12	- Foto da medida do tempo de presa com a agulha de Gilmore.....	22
Figura 13	- A- Cunha escalonada de alumínio e B- filme radiográfico utilizado para análise no Photoshop CC.....	24
Figura 14	- Amostra posicionada para medida no microdurômetro	25
Figura 15	- Culturas originais sofrendo esfregaço para reativação em BHI- ágar	26
Figura 16	- Placas sendo vertidas com BHI- ágar contendo as espécies.....	26
Figura 17	- Inserção dos discos de papel no centro de cada placa.....	27
Figura 18	- Porta amostras para o testes de liberação.....	29
Figura 19	- Frascos contendo a anotação da amostra e horário da troca.....	29
Figura 20	- Porção radicular com (12 ± 1) mm de comprimento.....	30
Figura 21	- Preparação biomecânico do canal radicular.....	31
Figura 22	- Aparelho que mede a permeabilidade.....	32
Figura 23	- Radiopacidade versus número atômico.....	35

Figura 24	- Placas com as espécies <i>E. faecalis</i> (a e f), <i>S. mutans</i> (b e g), <i>L. casei</i> (c e h), <i>C. albicans</i> (d e i) e <i>A. israeli</i> (e e j), das amostras com (coluna da esquerda) e sem (coluna da direita) HMP.....	37
Figura 25	- Valores médios, com respectivos desvio padrão dos halos de inibição de acordo com os grupos de microrganismos.....	39
Figura 26	- Imagens de amostra do cimento experimental obtidas com ampliação de (a) 150x; (b) 1.000x; (c) 5.000x e (d) 10.000x.....	44
Figura 27	- Espectros infravermelho dos componentes e do cimento experimental a base de hexametáfosfato de sódio.....	46

LISTA DE TABELAS

Tabela 1	- Porcentagens, quantidades, proporções pó/ líquido e características testadas durante o desenvolvimento do cimento experimental.....	20
Tabela 2	- Tempo de presa em minutos do cimento experimental.....	33
Tabela 3	- Radiopacidade em mm de alumínio do cimento experimental.....	34
Tabela 4	- Medidas do diâmetro interno dos moldes e das amostras do cimento experimental.....	36
Tabela 5	- Atribuições das absorções encontradas nos espectros.....	45
Tabela 6	- Valores médios de pH, condutividade e concentração de íons cálcio para o cimento experimental.....	47
Tabela 7	- Valores de infiltração com sua respectiva média e desvio padrão para o cimento experimental.....	49

LISTA DE SIGLAS E ABREVIATURAS

CE	Cimento Experimental
EDTA	Etilenodiamino tetra-acético
ADA	American Dental Association
MTA	Mineral Trioxide Aggregate
OH^-	Íon Hidroxila
Ca^{2+}	Íon Cálcio
$\text{Ca}(\text{OH})_2$	Hidróxido de Cálcio
CaCO_3	Carbonato de Cálcio
H_2CO_3	Ácido Carbônico
pH	Potencial Hidrogeniônico
HMP	Hexametáfosfato de Sódio
ZrO_2	Óxido de Zircônio
CMC	Carboximetilcelulose
BHI	Brain Heart Infusion
CHX	Diglocunato de Clorexidina
FTIR	Fourier Transform Infrared Spectroscopy
Z_{ef}	Número Atômico Efetivo
ppm	Parte por Milhão
$\mu\text{S}/\text{cm}$	Mícrosimens por centímetro
FEIS	Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira
FOA	Faculdade de Odontologia de Araçatuba

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO.....	1
2. FUNDAMENTOS TEÓRICOS.....	3
2.1. Endodontia e o Tratamento Endodôntico.....	3
2.2. Cimento Obturador Endodôntico.....	7
2.3. Componentes do Cimento Experimental.....	10
2.3.1. Clínquer.....	10
2.3.2. Hidróxido de cálcio.....	11
2.3.3. Hexametáfosfato de sódio.....	13
2.3.4. Óxido de Zircônio.....	15
2.3.5. Carboximetilcelulose.....	16
3. OBJETIVOS.....	18
4. MATERIAL E MÉTODOS.....	19
4.1. Desenvolvimento do cimento obturador.....	19
4.2. Preparação da solução de carboximetilcelulose	20
4.3. Tempo de presa.....	22
4.4. Radiopacidade.....	23
4.5. Variação dimensional.....	24
4.6. Avaliação da atividade antimicrobiana.....	25
4.7. Microscopia eletrônica de varredura.....	27
4.8. Espectroscopia na região do infravermelho.....	27
4.9. Liberação de íons.....	28
4.10. Selabilidade.....	30
5. RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	33
5.1. Tempo de presa.....	33
5.2. Radiopacidade.....	34
5.3. Variação dimensional.....	36
5.4. Avaliação da atividade antimicrobiana - Halo de Inibição.....	36
5.5. Microscopia eletrônica de varredura.....	43
5.6. Espectroscopia na região do infravermelho.....	44
5.7. Liberação de íons.....	46
5.8. Selabilidade.....	48
6. CONCLUSÕES.....	50
BIBLIOGRAFIA.....	52

1 INTRODUÇÃO

A endodontia, uma das especialidades da Odontologia que estuda a morfologia do canal radicular, a fisiologia e patologias da polpa. Também estuda a prevenção, tratamento de suas variações e respostas ao tecido periapical (SOARES e GOLDBERG, 2011).

A polpa é um tecido conjuntivo que em associação com a dentina (tecido mineralizado que possui em seu interior os túbulos dentinários) e o esmalte forma a unidade dentina-polpa. A polpa ocupa o espaço central do dente (câmara pulpar e canal radicular) e mantém comunicação com o ligamento periodontal através dos forames apicais (SOARES e GOLDBERG, 2011). Este complexo dentina-polpa pode apresentar doenças de dois tipos: (1) periapicopatias, que são patologias oriundas de inflamação na polpa que se estendem até a região apical do elemento dentário através de traumas, bruxismo ou sobrecarga oclusal; (2) pulpopatias, que são necroses da polpa provocadas por cárie dentária, fraturas, fissuras ou defeitos no desenvolvimento dental (MARCOS, 2004).

As patologias pulpares podem exigir o tratamento endodôntico, que consiste na remoção da polpa e preenchimento do sistema de canais radiculares com um cimento obturador adequado. O tratamento endodôntico é realizado com as etapas de abertura coronária, preparo biomecânico e obturação. Inicialmente é realizada a abertura coronária para que se obtenha acesso direto à câmara pulpar e conseqüentemente aos canais radiculares. Após essa abertura, se inicia o preparo biomecânico onde os canais vão sendo irrigados com substâncias próprias e simultaneamente a polpa vai sendo removida por completo. Várias substâncias são utilizadas como dióxido de sódio, o ácido etilenodiaminotetracético (EDTA), o ácido cítrico, água oxigenada, hipoclorito de sódio e tergentol (lauril dietilenoglicol éter sulfato de sódio) (PAIVA, 1959), (KIRK, 1893), (NYGAARD- OSTBY, 1957), (WAYMAN et al., 1979), (GROSSMAN, 1943).

Essa irrigação tem como finalidade realizar a limpeza mecânica (remover vestígios de dentina da instrumentação) e séptica (remover microrganismos existentes no canal). Em seguida as paredes dentinárias são deixadas lisas e livres de ondulações para receber o cimento obturador. Entretanto, entre a etapa do preparo biomecânico e obturação do canal, existe uma etapa onde um curativo de demora ou também chamado medicamento intracanal é introduzido. Este material geralmente à base de hidróxido de cálcio, será utilizado dependendo da lesão da polpa, onde o profissional pode optar por realizar o tratamento em várias sessões

(usando o curativo) ou em sessão única (dispensando o uso do curativo) (ENDO et al., 2015). Após estas etapas a obturação do canal é realizada, que consiste na substituição do conteúdo da cavidade pulpar por materiais que tenham propriedades adequadas para esse uso. Para isso é necessário o uso de um cimento que, em conjunto com o cone de gutta-percha, atende às necessidades do profissional para obter sucesso no tratamento endodôntico (LEONARDO, 2005).

O preparo biomecânico do canal elimina a grande parte da flora microbiana dos canais, porém ele sozinho não elimina por completo todos os microrganismos. Por isso o uso de um cimento obturador que possua poder antimicrobiano, biocompatibilidade, boa trabalhabilidade, estabilidade dimensional, radiopacidade, selabilidade, baixa solubilidade nos fluidos teciduais, promoção da regeneração tecidual e tempo de presa adequado é de suma importância para o sucesso da terapia endodôntica (CÉSAR, 2003), (SANTOS, 2004).

Um material que tem mostrado um uso promissor na odontologia é o hexametáfosfato de sódio. Muitos estudos mostraram que este fosfato possui propriedades que auxiliam na remineralização dental (CAMARA et al., 2014, 2015, 2016), no auxílio do tratamento de doenças periodontais (KERR e FIELD, 1944), na formação óssea (HACCHOU et al., 2007), além de ser antimicrobiano (HOSIDA, 2015), (HOSIDA et al., 2018), (LORENCOVÁ et al., 2012).

Levando em consideração estas propriedades positivas do hexametáfosfato, este trabalho tem por objetivo o desenvolvimento de um cimento à base de hexametáfosfato de sódio associado a fontes de cálcio, como o hidróxido de cálcio e clínquer.

2 FUNDAMENTOS TEÓRICOS

2.1 Endodontia e o tratamento endodôntico

Para entender melhor sobre o tratamento endodôntico, se faz necessário uma sucinta descrição sobre as partes que compõem o elemento dentário. Como pode ser visto na Figura 1, o elemento dentário é dividido em duas importantes e principais partes: a porção visível chamada de coroa (porção coronal) e a porção que está dentro do osso chamada de raiz (porção radicular). A parte coronal é formada pelo esmalte, dentina (tecido conjuntivo que dá sustentação ao esmalte e forma o corpo do dente) e parte da polpa que está localizada na câmara pulpar. Por outro lado, a porção radicular é formada pela polpa (tecido conjuntivo, rico em células, denominadas odontoblastos, que tem como função formar a dentina) localizada no interior dos canais, pelo canal radicular (local que aloja a polpa), cimento (tecido conjuntivo mineralizado que recobre a dentina e tem como principal função incorporar fibras do ligamento periodontal na raiz do dente) e ligamento periodontal (sistema que liga o dente ao osso alveolar). (LEONARDO, 2005).

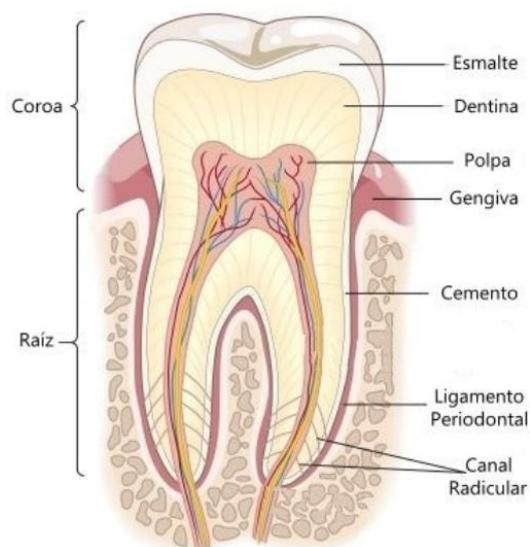


Figura 1: anatomia de um elemento dentário

O esmalte é o tecido mais mineralizado do corpo humano. Possui apenas 3% de água e 97% de cristais de fosfatos de cálcio (hidroxiapatita). Não possui sensibilidade dolorosa pois não possui terminações nervosas (CASTRO E AMANCIO, 2000).

A dentina é um tecido conjuntivo mineralizado, de natureza tubular, composta aproximadamente por 70% de matéria inorgânica, 20% de matéria orgânica e 10% de água. A matéria inorgânica da dentina é composta por hidroxiapatita $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ e a orgânica é

composta principalmente por colágeno, que serve como base para a fixação de fosfatos de cálcio que formarão a hidroxiapatita. A dentina possui túbulos dentinários que alocam em seu interior os prolongamentos de células chamadas odontoblastos (HOLLAND et al., 2015).

O cimento é responsável por manter o elemento dentário com o osso no qual ele está alojado. Muitas fibras passam de dentro do osso para o cimento, que em conjunto com elas mantêm os dentes no lugar. É constituído de aproximadamente 45% de matérias inorgânicas e 55% de matérias orgânicas e água. Já o ligamento periodontal é um tecido conjuntivo fibroso e se localiza entre o cimento e o osso alveolar, unindo os dentes aos maxilares pelas fibras de Sharpey (CASTRO E AMANCIO, 2000).

O canal radicular é responsável pelo alojamento da polpa, visando mantê-la livre de agentes agressores externos. A polpa é um tecido conjuntivo, mucoso, rico em células e com baixo teor de fibras, que ocupa toda a cavidade central do dente (câmara pulpar e canal radicular), fazendo comunicação com o ligamento periodontal através do forame ou forames apicais ou talvez, em eventualidades, por canais laterais onde passam os elementos vasculares e nervosos. Ela tem como principal função formar dentina através de células chamadas odontoblastos. A polpa forma, nutre e dá vitalidade à dentina que a circunda. Contudo, se não houver condições favoráveis para a polpa realizar seus procedimentos naturais de defesa e regeneração à agentes agressores externos e estes ultrapassarem sua tolerância fisiológica, ela poderá responder esse ataque por meio de uma ação inflamatória, apresentando uma alteração patológica pulpar (LEONARDO, 2005), (SOARES e GOLDBERG, 2011), havendo assim a necessidade de se realizar um tratamento endodôntico.

Esse tratamento endodôntico pode ser feito através de métodos conservadores que visam preservar toda ou parte desta polpa viva dentro do canal, que é chamado de pulpotomia ou capeamento pulpar. A pulpotomia é amplamente indicada na odontopediatria, visto que o tecido pulpar de crianças não é completamente amadurecido. No tratamento é utilizado um cimento capeador para proteger a polpa existente na câmara pulpar (SOARES e GOLDBERG, 2011).

Uma pulpíte se inicia com o aparecimento de bactérias que vão se reproduzir rapidamente no interior do canal radicular, desenvolvendo uma grande atividade química no local e liberando enzimas importantes na infecção de tecidos moles, alterando as trocas metabólicas e desorganizando todo o sistema da polpa. (LEONARDO, 2005).

Assim, quando a polpa não apresenta nenhuma condição de vitalidade dentro do canal, faz-se necessário o tratamento completo do canal que é chamado de necropulpectomia ou a biopulpectomia, onde a polpa é retirada por completo dos canais radiculares e os mesmos são preparados e preenchidos com um cimento obturador endodôntico (SOARES e GOLDBERG, 2011).

A primeira etapa da pulpectomia é a cirurgia de acesso, onde o profissional com o auxílio de uma broca, acessa a câmara pulpar (Figura 2-A). Após este acesso à câmara pulpar é limpa com o auxílio de curetas e devidamente seca, deixando o espaço livre para que se obtenha acesso à entrada do canal radicular (Figura 2-B) (LEONARDO, 2005), (SOARES e GOLDBERG, 2011).

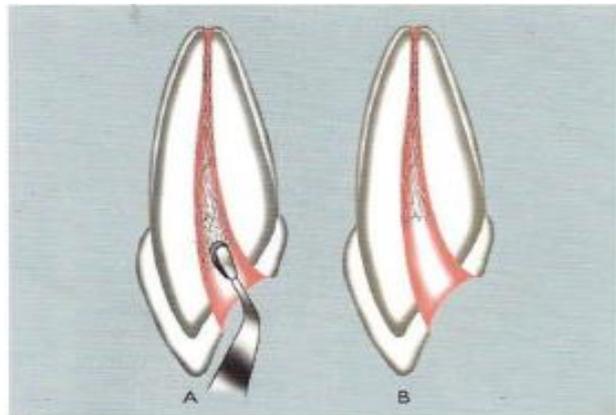


Figura 2: A- abertura coronária e limpeza da câmara pulpar. B- câmara Pulpar limpa e seca (Fonte: Soares e Goldberg, 2011)

O próximo passo se dá início ao preparo biomecânico do canal radicular, que consiste nas etapas de esvaziamento, limpeza/asepsia do canal e modelagem. Primeiro, com o auxílio de limas próprias (manuais ou acopladas à um motor) a polpa necrosada é retirada por completo (Figura 3-A). Na Figura 3-B se vê uma ilustração do canal sendo irrigado com soluções próprias que possuem a finalidade de limpeza mecânica (retirar os resíduos de dentina oriundo da instrumentação) e limpeza séptica (eliminar microorganismos existentes no interior do canal). Algumas substâncias mais usadas são a clorexidina, água oxigenada, hipoclorito de sódio, detergentes aniônicos, soluções de hidróxido de sódio, entre outras. O terceiro e último passo do preparo biomecânico é a modelagem do canal, ilustrado na Figura

3-C, que é feito com o auxílio de instrumentos adequados para que receba melhor o cimento obturador (LEONARDO, 2005), (SOARES e GOLDBERG, 2011).

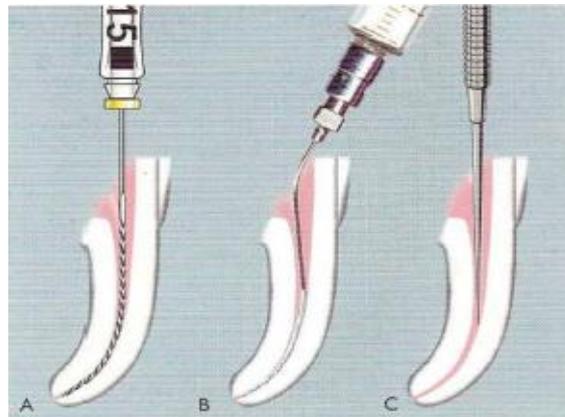


Figura 3: A- retirada da polpa necrosada com o auxílio de uma lima. B- irrigação do Canal Radicular. C- modelagem do canal. (Fonte: Soares e Goldberg, 2011)

Após o preparo biomecânico é colocado um curativo de demora no canal radicular (caso o tratamento seja feito em múltiplas sessões; se for em sessão única o uso é dispensável), como mostra a Figura 4. Esse curativo permanece no interior da cavidade até o início da obturação definitiva. Esse curativo tem como objetivo promover descontaminação de microrganismos remanescentes do preparo biomecânico, principalmente em ramificações do canal e túbulos dentinários (SOARES e GOLDBERG, 2011). Esse curativo necessita permanecer durante alguns dias no interior do canal para promover assepsia e em alguns casos reparo tecidual. Faz-se necessário pelo menos uma ou duas trocas desse material no decorrer do tratamento, demandando do profissional tempo longo de trabalho no mesmo caso clínico. O material comumente utilizado no curativo é o hidróxido de cálcio.

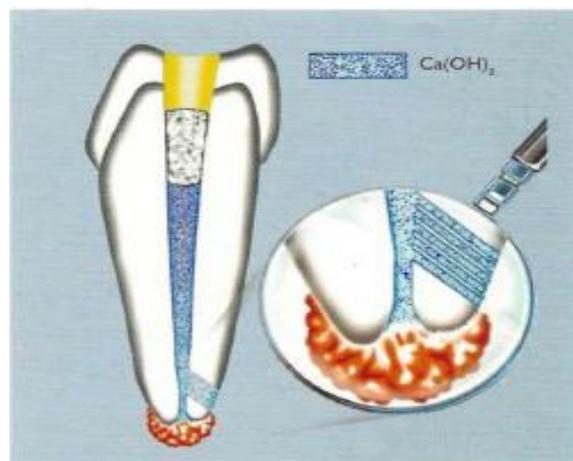


Figura 4: canal preenchido com hidróxido de cálcio e sua difusão pelos túbulos dentinários. (Fonte: Soares e Goldberg, 2011)

A última etapa é a obturação do canal radicular. Ela deve ser feita com um material que seja inerte, possua conteúdo antisséptico, sele hermeticamente todo o canal e estimule o reparo apical e periapical após o término do tratamento. Em conjunto com a gutta-percha, o material é introduzido no canal radicular, preenchendo toda sua extensão, como mostra a Figura 5. (LEONARDO, 2005), (SOARES e GOLDEBERG, 2011).

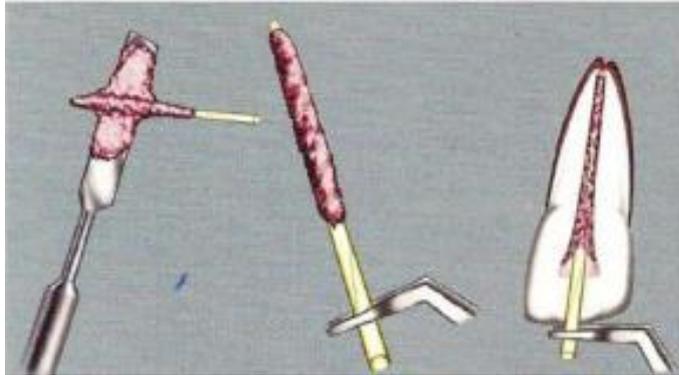


Figura 5: a gutta-percha é besuntada no cimento obturador e inserida no canal radicular (Fonte: Soares e Goldberg, 2011)

2.2 Cimento obturador endodôntico

Atualmente a obturação do canal é feita utilizando-se a gutta-percha (material sólido) e um cimento. A gutta-percha, biocompativelmente falando, é o material mais viável para se preencher os canais radiculares. Todavia ela sozinha não proporciona um selamento hermético dos canais por não possuir fluidez e adesão às superfícies da parede. Com isso, o uso de um bom cimento obturador é indispensável para que ele preencha as lacunas remanescentes e discrepâncias entre a gutta-percha e as paredes do canal radicular (HENSTON et al., 2012). Caso haja alguma lacuna entre a gutta-percha e a parede do canal radicular, poderá haver ali proliferação bacteriana que favorecerá o aparecimento de periapicopatias e como resultado o insucesso do tratamento endodôntico (FLORES et al., 2009).

Grossman em 1958, relatou qualidades fundamentais que um bom cimento endodôntico deve possuir, destacando-as:

- proporcionar selamento hermético do canal radicular;
- possuir estabilidade dimensional após tomar presa;
- possuir fluidez ideal para aderir à dentina do canal e se difundir nos canalículos;

- proporcionar um tempo de trabalho adequado ao profissional;
- possuir radiopacidade adequada para aparecer na radiografia;
- ser bactericida ou no mínimo bacteriostático;
- ser biocompatível e não apresentar citotoxicidade quando em contato com os tecidos periapicais;
- aderir as paredes dentárias mesmo se houver umidade;
- possuir tempo presa adequado que permita, se necessário, o profissional remover o cimento do canal na mesma sessão.

Nenhum cimento obturador possui todas essas qualidades e com isso sempre se faz necessário o desenvolvimento de novos materiais obturadores endodônticos que atendam cada vez mais essas qualidades. E quando se fala em desenvolvimento de um novo material obturador, deve-se utilizar parâmetros e padrões já existentes para que o material a ser desenvolvido apresente resultados semelhantes e satisfatórios iguais aos já presentes no mercado. Para efeito didático costuma-se dividir as propriedades dos obturadores em físico-químicas e biológicas.

Para as propriedades físico-químicas, utiliza-se a Especificação 57 de 1983 da *American Dental Association* (ADA). Esta especificação rege normas e testes para avaliação de materiais obturadores endodônticos que visa promover regularidade de resultados assegurando um maior rigor científico na pesquisa. Ela normatiza a avaliação físico-química de materiais obturadores endodônticos para os seguintes testes: espessura do filme, escoamento, tempo de endurecimento, radiopacidade, solubilidade, trabalhabilidade e estabilidade dimensional (FLORES et al., 2009).

Atualmente, no mercado existem inúmeras opções de cimentos obturadores, cada qual com suas vantagens e desvantagens. A aplicação de todos estes cimentos deve ser feita em associação com a guta-percha. Em geral, no desenvolvimento de um novo cimento obturador busca-se suprir as carências e faltas que os atuais cimentos possuem com o objetivo de melhorar o tratamento endodôntico.

Os cimentos comerciais podem ser divididos em classes, uma delas é a classe dos cimento tipo MTA. Esse material foi desenvolvido inicialmente como material retro-obturador e como reparador de perfurações. Foi idealizado por Mohamed Torabinejad da Universidade de Loma Linda, na Califórnia e lançado pela Dentsply com o nome comercial de Pro-Root. Posteriormente, outro material com as mesmas características e formulação

química foi lançado no Brasil com o nome comercial de MTA-Angelus, produzido pela empresa Ângelus Ciência e Tecnologia (SANTOS, 2009).

O MTA Pro-Root e o MTA-Angelus possuem diversos usos na odontologia, porém são basicamente utilizados em capeamento pulpar e retroobturações. Todavia, seu uso como material obturador de canal continuou sendo alvo de estudos o que resultou na criação do MTA-Fillapex pela empresa Ângelus. Este cimento a base de silicato de cálcio, possui as mesmas vantagens de seu material precursor, o MTA, como biocompatibilidade, baixa solubilidade, pH alcalino, estabilidade dimensional e indução do reparo tecidual. Entretanto, o MTA-Fillapex possui uma severa toxicidade, quando em contato com as células vivas, devida a presença de resina salicilato, resina diluidora e sílica (SILVA et al., 2013). Além disso, o cimento possui um tempo de presa curto, o que dificulta o trabalho do profissional, e não possui boa trabalhabilidade (ZHOU et al., 2013).

Outra classe de materiais são os resinos. Um dos mais conhecidos é o AH Plus (Dentsply, Konstanz, Alemanha). Ele possui vantagens como: boa atividade antimicrobiana, boa adesão as paredes dentinárias, bom escomento, alta radiopacidade, adequado tempo de presa. Como desvantagens, ele possui expansão acima do permitido (TEIXEIRA, 2014) e a presença de formaldeído e aminas presentes em sua composição, em contato com os tecidos conjuntivos, causam uma severa reação inflamatória nas primeiras semanas, como alergia e necrose dos tecidos vivos (SOUSA et al., 2006).

Uma outra classe de cimentos conhecida e utilizada são os a base de hidróxido de cálcio. O Sealapex (Sybron Endo, Glendora, Califórnia, Estados Unidos) é um deles e foi o primeiro cimento obturador comercializado nesta classe. Sua propriedade de rápida cicatrização está relacionada à difusão de íons, que favorece a formação de tecido duro (GOMES- FILHO et al., 2010). Ele também possui boa atividade antimicrobiana, propriedade esta que está relacionada a dissociação de íons OH^- , que aumenta o pH do meio, tornando o ambiente inóspito para microrganismos (SIPERT et al., 2005). Sua desvantagem é que ele possui um tempo de presa muito baixo, algo em torno dos 30 minutos, que é acelerado quando em contato com umidade (TEIXEIRA, 2014). Ele também pode apresentar uma alteração dimensional (expansão) (COBANKARA et al., 2006), não possui boa aderência à dentina e à gutta-percha e sofre reabsorção com o passar do tempo (TEIXEIRA, 2014).

Em resumo os materiais obturadores devem preencher toda a cavidade pulpar proporcionando um selamento biológico do forame apical, necessário para o sucesso do

tratamento endodôntico. Se todo material obturador possuísse tais características apresentadas ~~acima~~ anteriormente para os cimentos comerciais citados, poderia ser considerado como um material ideal. Porém como isto ainda não é possível, continuam as pesquisas objetivando encontrar um material que atenda todas as propriedades importantes que um cimento obturador deva possuir (BRANDÃO, 1999).

2.3 Componentes do cimento experimental

Neste capítulo será dada informações básicas de alguns dos constituintes do cimento endodôntico desenvolvido.

2.3.1 Clínquer

O clínquer é o principal componente do cimento Portland e de um dos cimentos endodônticos mais estudados e utilizados como material obturador e retro-obturador, conhecido como MTA. O pó do clínquer, que pode ser apresentado em esferas brancas ou cinzas, quando misturado com água forma uma pasta hidrofílica. Ele é composto principalmente de silicato tricálcio, silicato dicálcio, aluminato tricálcio, ferroaluminato tetracálcico, óxido de bismuto e sulfato de cálcio dihidratado (SANTOS et al., 2005).

O sucesso do MTA, material que possui em sua grade maioria clínquer na composição, está relacionado ao fato dele possuir várias propriedades químicas, físicas e biológicas como biocompatibilidade, baixa solubilidade, pH alcalino, estabilidade dimensional, boa radiopacidade e indução do reparo tecidual, propriedade está última que lhe confere grande aceitação no meio endodôntico. O hidróxido de cálcio, produto da reação de hidratação do MTA, libera íons Ca^{2+} , que em contato com o líquido tissular, promove a formação de tecido mineralizado (SANTOS, 2009).

O clínquer é obtido através de transformação térmica à elevadas temperaturas de mistura de um material rochoso, constituído de aproximadamente 80% de carbonato de cálcio, 15% de dióxido de silício, 3% de óxido de alumínio e quantidades menores de outros materiais como ferro e enxofre. Sua obtenção se inicia em jazidas de calcário e argila onde está presente a matéria prima para sua obtenção. Ele é apresentado em formas de esferas com tamanhos variados (Figura 6).



Figura 6: clínquer em forma de esferas.

O calcário presente na composição do clínquer é constituído basicamente de carbonato de cálcio (CaCO_3) e, em variadas composições, de impurezas como magnésio, alumínio, ferro e silício. Para se produzir o clínquer, a argila e o calcário são extraídos de jazidas naturais, e para a redução do tamanho de suas pedras sofrem o processo conhecido como britagem. A pedra britada vai para a fase chamada de pré-homozeinização. Nesta fase o calcário e a argila são misturados em uma proporção de 9:1 e são moídos para se obter uma mistura crua para descarbonatação e clinquerização. O material moído passa por uma peneira e este pó recebe uma corrente de ar ou gás que ajuda sua secagem. Ele entra com 5% de umidade e sai com aproximadamente 0,9%. O processo de clinquerização passa por diversas etapas, ou seja, pela evaporação de água livre, decomposição do carbonato de magnésio, decomposição do carbonato de cálcio, desidroxilação das argilas, formação de silicatos e resfriamento. Detalhes do processo, assim como as reações de hidratação do cimento Portland, podem ser obtidas na tese de Santos (2009).

2.3.2 Hidróxido de cálcio

O hidróxido de cálcio vem sendo usado na odontologia há muitos anos. Em 1920, Herman implantou seu uso na endodontia quando utilizou o material para pulpotomia dental, sob o nome comercial de Calxyl-Otto & CO (HERMANN, 1956). A fórmula foi considerada pioneira no uso do hidróxido de cálcio com a adição mais tarde, de outras substâncias. Todavia, seu primeiro uso na odontologia realmente é atribuído por alguns pesquisadores à Nygren em 1838, onde se encontra relatos do uso deste material em fistulas dentais (FAVA e SAUNDERS, 1999).

O hidróxido de cálcio é apresentado comercialmente em forma de um pó branco, inodoro, com um pH elevado (12,5- 12,8), baixa solubilidade em água (1,2 g/L à 25°C), e massa molecular de 74,08 g/mol. Ele possui inúmeras propriedades consideradas ideais como biocompatibilidade, poder antimicrobiano e indução da formação de tecido mineralizado. Possui a capacidade de se dissociar em íons Ca^{2+} e OH^- em uma porcentagem de 45,89% e 54,11% respectivamente (PHILIP et al., 2013). Suas propriedades estão diretamente relacionadas com a liberação destes íons.

Holland et al. (1979) constatou que o $\text{Ca}(\text{OH})_2$ em contato com o dióxido de carbono (CO_2) presentes na atmosfera bucal e o ácido carbônico (H_2CO_3) que o organismo libera, reagem quimicamente com os íons hidroxila (OH^-) aumentando a concentração de íons CO_3^{2-} . Os íons carbonato reagem com os íons cálcio (Ca^{2+}), promovendo a formação de grânulos de calcita ou carbonato de cálcio (CaCO_3) que é o principal componente da hidroxiapatita, formadora da dentina. Em associação a esses grânulos, ocorre o acúmulo de fibronectina, que é uma glicoproteína encontrada nos tecidos. Ela é sintetizada pelos fibroblastos e está relacionada com a adesão, migração, diferenciação e crescimento celular. A fibronectina permite a adesão e diferenciação celular que são as condições necessárias para a formação de tecido duro. O dióxido de carbono que é solubilizado e é difundido no sangue é reação do catabolismo celular (SANTOS, 2009).

Por outro lado, a ação antimicrobiana do hidróxido de cálcio está relacionada com a liberação de íons OH^- , que eleva o pH do meio, promovendo a inativação de enzimas que participam de processos metabólicos da membrana. A membrana citoplasmática perde sua integridade, as enzimas são inativadas e ocorre dano ao DNA das bactérias. Ela está ligada diretamente ao crescimento, metabolismo e divisão celular das bactérias, além de participar da formação de parede celular, produção de lipídios, transporte de elétrons, entre outros (ESTRELA et al., 1995). Todos estes fatores contribuem diretamente para a inativação e morte das bactérias presentes em patologias endodônticas.

2.3.3 Hexametáfosfato de sódio

A grande aposta para o desenvolvimento deste novo material obturador é o uso do hexametáfosfato de sódio (HMP). Seu uso é de grande interesse na área odontológica graças à suas propriedades bactericidas e bacteriostáticas, além de promover a formação de tecido mineralizado pela facilidade de associar-se à íons metálicos.

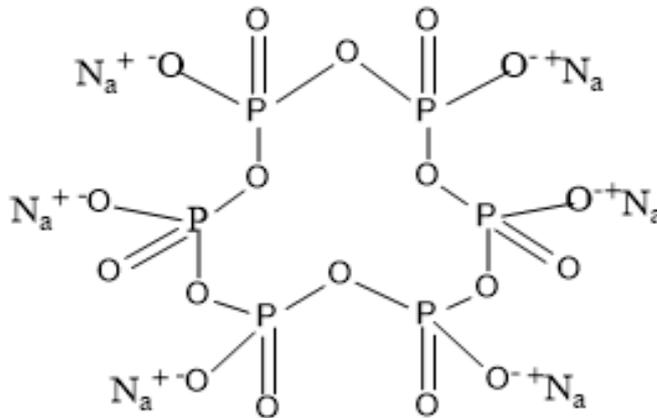
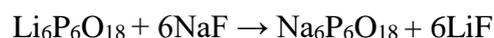


Figura 7: estrutura química do hexametáfosfato de sódio

O hexametáfosfato de sódio é considerado um ciclofosfato, mais especificamente um polifosfato inorgânico (Figura 7). Sua produção na indústria química demorou a ser efetivamente regular devido à dificuldade de se encontrar um processo de produção confiável para se obter grandes quantidades (DURIF, 1995). A primeira evidência de sua produção foi reportada por Thilo e Shulke (1963) e de sua estrutura por Jost (1965). Neste mesmo ano, Griffith e Brexton (1965) descreveram pela primeira vez um método eficaz para obtenção do sal em grandes quantidades.

Atualmente este ciclofosfato é obtido a partir do sal de lítio, usando-se resinas de troca iônica ou aproveitando-se da vantagem da insolubilidade do lítio do fluoreto de lítio, conforme reação a seguir:



Fosfatos possuem a tendência a se unirem à íons positivos (cátions) formando complexos. Kura et al., (1974) mostraram que o ânion do HMP forma um complexo estável com o cátion Ca²⁺.

Devido à esta propriedade, o hexametáfosfato de sódio tem sido usado na indústria de cerâmicas como um potente defloculante. Este uso é devido a sua capacidade de aumentar a carga negativa nas micelas de argila sendo absorvida com o ânion, formando complexos com os cátions flocculantes. Os ânions de HMP interagem com os cátions expostos do alumínio formando um ânion complexado (ANDREOLA et al., 2004).

Devido a tais atributos, o HMP vem sendo amplamente estudado na odontologia. Estudos mostram que, pelo fato do ciclofosfato HMP formar fortes complexos com cátions Ca^{2+} , ele apresenta uma grande funcionalidade no uso como suplemento em dentifrícios contra a desmineralização dentária (CAMARA et al., 2014, 2015, 2016). Ele atua na desmineralização devido a sua capacidade de se ligar à superfície do esmalte dentário e aumentar a permeabilidade seletiva, propiciando a difusão de cátions no esmalte. O HMP retém espécies iônicas como o fluoreto (F^-) e o cálcio (Ca^{2+}), levando a formação de uma camada de HMP- Ca^{2+} na superfície do esmalte, o que aumenta a presença de cálcio durante os processos de mineralização e desmineralização (NEVES et al., 2018).

Outra propriedade importante do HMP é sua capacidade de aumentar a permeabilidade da membrana externa das bactérias, agindo, neste caso, como um agente bactericida e/ou bacteriostático (CAMARA et al., 2014). Ele atua através da toxicidade seletiva das bactérias, ou seja, ele mata ou inibe o microrganismo sem ser prejudicial ao hospedeiro. Isso poderia ser explicado pelo fato do HMP ter a capacidade de se ligar a íons metálicos, como ao Mg^{2+} presente na membrana das bactérias. Este íon é importante para a manutenção da barreira de permeabilidade e para o transporte de glicose, e com a formação de um complexo com HMP ocorreria a morte bacteriana (HOSIDA, 2015).

Hosida (2015) mostrou que o cimento de ionômero de vidro (CIV) quando associado ao HMP em diferentes concentrações, apresenta um aumento na atividade antimicrobiana contra as três bactérias utilizadas no estudo (*S. mutans*, *L. acidophilus* e *A. israeli*). Essa ação aumenta conforme há o aumento da concentração de HMP no cimento.

Hacchou et al. (2007) realizou um estudo em camundongos e verificou que células de osteoblastos em contato com polifosfatos inorgânicos superexpressaram proteínas produzidas por elas como: osteopontina, osteocalcina e osteoprotegerina. Também houve aumento da atividade de fosfatase alcalina e formação de nódulos ósseos. Assim, o estudo concluiu que estes materiais desempenham um importante papel na diferenciação, ativação e mineralização óssea dos osteoblastos (HACCHOU et al., 2007).

Bae et al. (2015) realizou um estudo com tri e hexametáfosfato de sódio para avaliar a proliferação, diferenciação e potencial angiogênico de células de polpa dental humana. O estudo mostrou que o HMP promoveu a proliferação de células da polpa dentária humana independentemente da quantidade utilizada. Já de forma dependente da quantidade administrada, havia o aumento da fosfatase alcalina, da osteopontina, da osteocalcina, da osteonectina, da sialofosfoproteína dentinária e da matriz de proteína da dentina. Também houve a formação de nódulos mineralizados que são característicos do fenótipo osteoblástico.

Nos estudos encontrados e apresentados neste trabalho, o hexametáfosfato de sódio mostrou ter um uso promissor na odontologia, sendo um bom agente bactericida ou bacteriostático, na nucleação da mineralização da matriz celular e também como um facilitador nos processos de mineralização/ desmineralização dental.

2.3.4 Óxido de Zircônio

O óxido de zircônio é um mineral de fórmula química ZrO_2 , que comumente é chamado de zircônia. É um material oriundo do badeleíta, considerado um mineral raro (SILVA, 2014).

Na área odontológica é utilizado em coroas cerâmicas, pinos intra-radulares, pontes e também como agente radiopacificador em cimentos endodônticos (CUTAJAR et al., 2011).

Um estudo realizado mostrou que o óxido de zircônio não influencia nos processos de hidratação do cimento Portland, atuando como uma substância inerte (CUTAJAR et al., 2011). A citotoxicidade também foi avaliada em diversos estudos e o óxido de zircônio não apresentou efeito destrutivo. Efeitos carcinogênicos também não foram constatados. Lesões ao DNA de células humanas também não sofreram alterações, comprovando a ausência de genotoxicidade deste material (BRAZ et al., 2008).

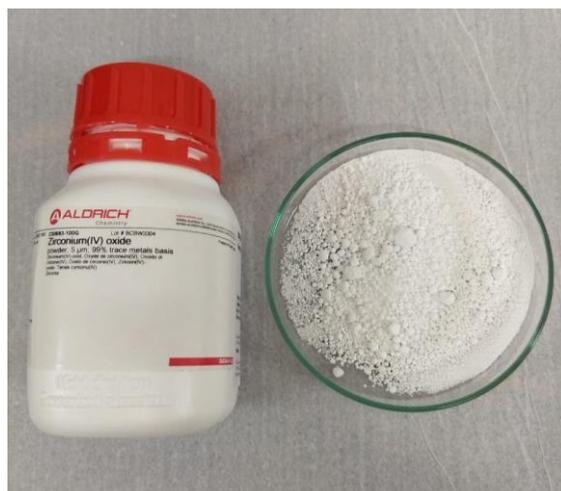


Figura 8: pó do óxido de zircônio e sua embalagem comercial

2.3.5 Carboximetilcelulose

A celulose é um dos biopolímeros naturais mais conhecido e utilizado. Seus derivados são comumente utilizados na indústria farmacêutica, cosmética, alimentícia, entre outras. Para esse uso de tais derivados serem considerados seguros eles devem ser atóxicos, biocompatíveis e não carcinogênicos. É o caso da carboximetilcelulose, um éter derivado da celulose, aniônico e de cadeia linear, comercializado na forma sólida de sal de carboximetilcelulose de sódio (CMC) (Figura 8). Na forma sólida, o material é a mais estável contra a presença de fungos. Em solução, caso o armazenamento não for adequado, a degradação poderá ocorrer e facilitar a proliferação de fungos (FRANCO, 2009). A solução de CMC apresenta uma pseudoplasticidade e são estáveis na faixa de pH entre 4 e 10. Ele tem sido muito utilizado em cremes dentais, espessantes de sorvete, formulação de cosméticos, indústria civil, entre outros, pelo fato de apresentar propriedades atóxicas, biocompatíveis e anticariogênicas (BURGARDT, 2012).

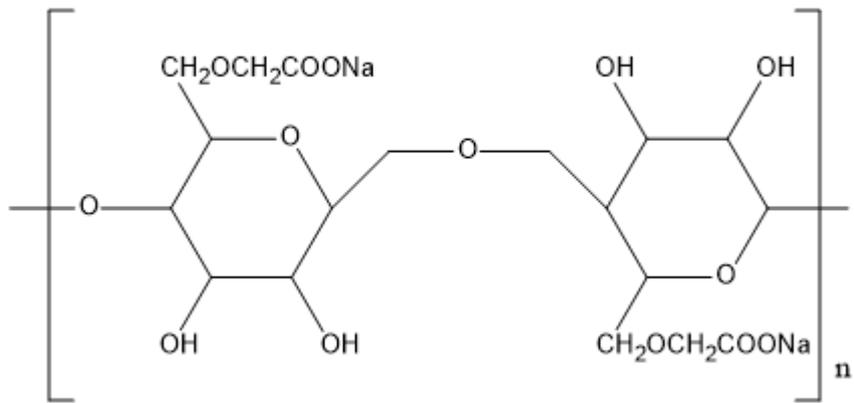


Figura 9: estrutura do dímero da carboximetilcelulose (sal de sódio).

3 OBJETIVOS

O presente estudo tem como objetivo o desenvolvimento e caracterização de um cimento obturador endodôntico à base de hexametáfosfato de sódio associado à hidróxido de cálcio e clínquer. Para a caracterização do cimento foram investigadas as propriedades tempo de presa, radiopacidade, variação dimensional, atividade antimicrobiana, liberação de íons e selabilidade.

4 MATERIAL E MÉTODOS

Os materiais utilizados na formulação do cimento obturador experimental foram:

- Carboximetilcelulose, sal sódico P.A fabricado pela Denver e distribuído pela Synth Brasil;
- Hexametafosfato de sódio, fabricado pela Aldrich e distribuído pela Sigma-Aldrich Brasil;
- Óxido de zircônio (IV), fabricado pela Aldrich e distribuído pela Sigma-Aldrich Brasil;
- Hidróxido de cálcio P.A, fabricado e distribuído pela Biodinâmica;
- Clínquer, fornecido pela empresa Votorantim Cimentos.

4.1 Preparação da solução de carboximetilcelulose (CMC)

Foram preparadas três concentrações de CMC: 1%, 1,5% e 2% em massa. Para tanto, um béquer contendo 100 mL de água destilada foi levado ao agitador magnético (Fisaton, modelo 752A) e mantido sob agitação constante e temperatura controlada. O pó de CMC foi adicionado até que todo material fosse solubilizado completamente e formasse uma solução homogênea. Quando necessário, a agitação foi aumentada gradativamente para melhor homogeneização da solução. Após total dissolução do pó, a solução ainda foi mantida por aproximadamente 1 hora sob agitação. Posteriormente, as soluções foram acondicionadas em geladeira para evitar o aparecimento e proliferação de fungos.



Figura 10: equipamento e reagentes montados para a preparação da solução de CMC

4.2 Desenvolvimento do cimento obturador

Para o desenvolvimento do cimento obturador à base de HMP, considerou-se como propriedades principais o poder antimicrobiano e promoção de tecido mineralizado. Além disso, o cimento obturador precisa ter uma consistência que permite a inclusão fácil do mesmo no canal dentário. Consequentemente, o cimento desenvolvido é constituído de um pó e uma solução aquosa, que quando misturados na proporção correta confere ao material uma consistência adequada e necessária para a obturação de canal dentário. Além disso, o material tem que ser radiopaco, propriedade obtida com o uso do óxido de zircônio.

Para se obter a composição ideal do cimento obturador experimental foram testadas diferentes composições do pó, das concentrações da solução aquosa de CMC e de proporções pó-líquido. A composição do pó foi definida tendo como referência o tempo de presa e variação dimensional. O HMP puro, quando misturado com a solução aquosa fornece uma pasta que tem dificuldades de tomar presa e além de provocar grande variação dimensional. As variações que ocorreram, a princípio foram constatadas a partir de contato visual pois era nítida a expansão ou contração do material. Neste sentido, foi associado ao HMP pós de hidróxido de cálcio e clínquer para controlar a variação dimensional e o tempo de presa. Estes dois componentes foram escolhidos pelo fato de serem antimicrobiano e induzirem a formação de tecido mineralizado.

A Tabela 1 apresenta as diferentes composições do pó e da proporção pó/líquido testadas e quais características (baseadas no tempo de presa, consistência e variação dimensional) as composições e proporções apresentavam. A composição do pó com 5% de Ca(OH)_2 , 5% de clínquer, 20% de ZrO_2 e 70% de HMP, quando misturado com CMC à 1,5%, na proporção pó/líquido igual a 2,4 mg/ μL , apresentou tempo de presa, trabalhabilidade e variação dimensional adequados para uso como cimento obturador endodôntico. Sendo assim, essa foi a composição e proporção pó/ líquido utilizadas em todos os testes realizados.

Tabela 1: porcentagens, quantidades, proporções pó/ líquido e características testadas durante o desenvolvimento do cimento experimental

HMP (%)	ZrO ₂ (%)	Ca(OH) ₂ (%)	Clínquer (%)	Pó/ Líquido (mg/mL)	Resultados	
					Tempo de presa	Varição dimensional
75	15	-	10	600:300	não	expansão elevada
70	15	-	15	600:300	não	expansão mediana

75	15	-	10	600:100	sim	expansão elevada
55	15	-	30	600:100	sim	expansão elevada
70	15	15	-	600:400	sim	contração elevada
70	15	15	-	600:300	sim	contração elevada
70	15	15	-	600:200	sim	contração leve
70	15	15	-	600:100	sim	contração leve
70	15	15	-	500:300	sim	contração elevada
70	15	15	-	400:300	sim	contração elevada
75	15	5	5	600:400	sim	contração elevada
70	15	5	10	600:350	sim	contração elevada
75	15	5	5	600:300	sim	contração leve
70	20	5	5	600:300	sim	contração +leve
65	20	5	10	600:300	sim	contração +leve
75	15	5	5	600:250	sim	contração leve
70	20	5	5	600:250	sim	contração ~1%
75	15	5	5	600:200	sim	contração +leve
75	15	5	5	600:100	sim	contração leve

O pó do cimento em conjunto com a solução de CMC 1,5% foram manipulados em uma placa de vidro com a ajuda de uma espátula de metal durante um tempo suficiente para total homogeneização do material. Após a espatulação, o material espatulado foi usado em cada teste conforme necessidade. Caso fosse inserido em porta amostras, esses sempre eram levados a uma cabine com temperatura de (37 ± 1) °C e umidade relativa (UR) de 95%.



Figura 11: cabine com temperatura e umidade controladas

4.3 Tempo de presa

As medidas do tempo de presa foram realizadas utilizando os parâmetros dimensionais e metodologia estabelecidos na Especificação nº 57 da ANSI/ADA. Embora a norma especifique que sejam preparadas três amostras, neste trabalho foram preparadas um número maior (cinco) visando ampliar a amostragem. Para tanto, anel metálico de 10 mm de diâmetro interno e 2 mm de espessura foi colocado sob uma placa de vidro e preenchido com a pasta do cimento e em seguida o conjunto foi alocado sob uma placa de metal e mantido na cabine com temperatura de 37°C e umidade relativa do ar de 95%. O controle do processo de endurecimento da amostra foi feito com o auxílio de uma agulha de Gillmore, pesando 100 gramas e com uma extremidade achatada de 2 mm de diâmetro.

Uma amostra piloto foi preparada para se verificar a partir de quanto tempo poderíamos medir o tempo efetivamente. Essa amostra foi levada para a cabine e começou a ser medida a cada 10 minutos, até que não se observasse mais marcas perceptíveis na superfície. Foi constatado que após 5h30min já não se notava mais marcas e foi antes ~~a partir~~ desse tempo que as amostras começaram a ser medida efetivamente, porém desta vez a cada 5 minutos.

A amostra permaneceu todo tempo dentro da cabine, desde sua espatulação até o término das medidas. Ela estava posicionada sobre uma lâmina de microscópio que estava disposto sob uma placa de metal. A agulha de Gillmore era baixada verticalmente sob a superfície da amostra. Após cada toque a ponta da agulha era limpa com papel absorvente. O tempo de presa do material foi definido como aquele em que última medida foi realizada, ou seja, à medida que não apresentava mais nenhuma marca na superfície da amostra.



Figura 12: foto da medida do tempo de presa com a agulha de Gillmore dentro da cabine

4.4 Radiopacidade

A etapa inicial deste teste foi realizada no Laboratório de Vidros e Cerâmicas da UNESP/ FEIS na cidade de Ilha Solteira. Já a etapa final de radiografia foi realizada no Instituto Dr. Alailson D. Santos na cidade de Ilha Solteira.

As medidas de radiopacidade foram realizadas a partir da adaptação da metodologia estabelecida na Especificação nº 57 da ANSI/ADA, pois lá utiliza-se um porta amostras de 1mm de espessura e aqui utilizamos de 2mm.

Quatro amostras do cimento experimental foram preparadas usando moldes de 10 mm de diâmetro interno e 2 mm de espessura. O cimento foi espatulado e os moldes preenchidos e dispostos sobre uma lâmina de microscópio. O conjunto amostra e molde foram mantidos na cabine com temperatura de 37°C e umidade relativa do ar de 95% por duas horas à mais do seu tempo de presa e depois desenformados e lavados para serem radiografados.

A radiopacidade foi determinada comparando o contraste de radiografias obtidas das amostras e de uma cunha escalonada de alumínio, com degraus de $(1\pm 0,01)$ mm de altura (Figura 13-A). Para tanto, as quatro amostras foram colocadas sobre um filme radiográfico juntamente com a cunha escalonada. A imagem radiográfica foi obtida utilizando-se um aparelho de raios-x (Dabi Atlante, modelo Spectra II, voltagem máxima do tubo de 50 KV, corrente máxima do tubo: 10,0 mA), mantendo o tubo radiográfico a 10 cm de distância das amostras e usando um tempo de exposição de 0,7 s. O filme foi revelado mantendo-o 30 s no revelador e 20 min no fixador. Após o processamento do filme, as radiografias (Figura 13-B) foram digitalizadas usando uma câmera e as imagens foram importadas para o programa Adobe Creative Cloud Photoshop CC (Adobe Systems) para avaliar a densidade radiográfica.

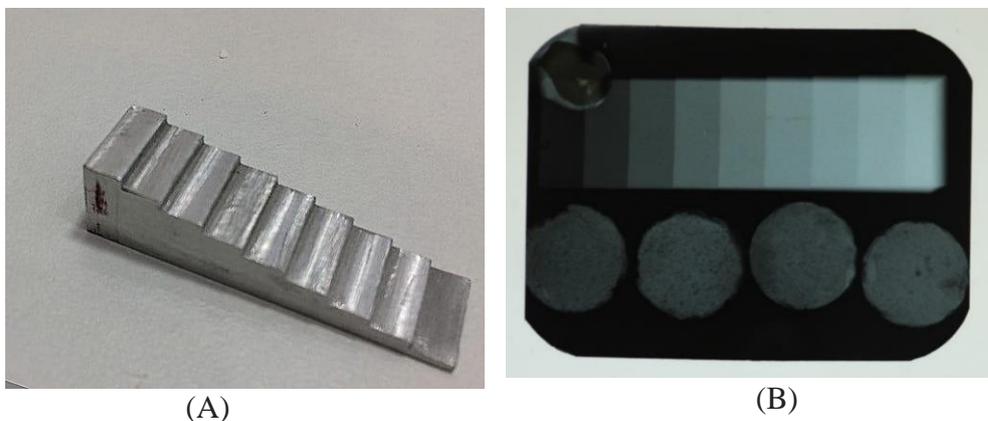


Figura 13: A- cunha escalonada de alumínio e B- filme radiográfico utilizado para análise no Photoshop CC

A radiopacidade foi avaliada pelo método proposto por DUARTE et al. (2009) usando a seguinte equação:

$$(A \cdot e_1) / B + e_2$$

onde A é a diferença entre a densidade radiográfica da amostra e do degrau da peça que apresenta valor de densidade imediatamente inferior; B a diferença entre a média do degrau da peça que apresenta valor de densidade radiográfica imediatamente superior à amostra e do degrau que apresenta valor de densidade imediatamente inferior; e_1 é o valor da espessura dos degraus da peça (= 1mm); e e_2 a espessura do degrau de alumínio com densidade radiográfica imediatamente inferior ao da amostra.

4.5 Variação dimensional

A variação dimensional avalia o quanto uma amostra se contraiu ou expandiu após tomar presa. Foram preparadas cinco amostras de 2 mm de espessura e 10 mm de diâmetro. Foram realizadas duas medidas em cada amostra, contabilizando assim dez medidas no total. O mesmo vale para as medidas do diâmetro interno e espessura dos moldes metálicos utilizados na preparação das amostras. Durante a presa, as amostras foram mantidas na cabine com umidade e temperatura controlada. Posteriormente, elas foram retiradas do molde para medidas do diâmetro, usando um microdurômetro (Shimadzu, modelo HMV 2000) (Figura 14).



Figura 14: amostra posicionada para medida no microdurômetro

4.6 Avaliação da atividade antimicrobiana- halo de inibição

O teste de avaliação da atividade antimicrobiana foi realizado no Laboratório de Microbiologia no Departamento de Odontopediatria da Faculdade de Odontologia de Araçatuba- FOA/ UNESP.

Foram realizados ensaios de difusão em ágar com as seguintes espécies: *Streptococcus mutans* (ATCC 25175), *Lactobacillus casei* (ATCC 393), *Actinomyces israeli* (ATCC 12102), *Candida albicans* (ATCC 10231) e *Enterococcus faecalis* (ATCC 29212).

Estes microrganismos foram reativados (Figura 15) a partir de suas culturas originais em caldo BHI-ágar e mantido à 37 °C por 48 horas. Após essa etapa, iniciou-se o crescimento das espécies, onde cinco colônias de cada microrganismos foram inseridas em caldo BHI-ágar individualmente e incubadas à 37 °C por um tempo entre 18 e 24 horas. Uma alíquota de 300 µL de cada suspensão bacteriana foi homogeneizada com 15 ml de BHI-ágar a 45 °C. A solução foi agitada para completa homogeneização e 15 mL do caldo contendo as espécies foram vertidos em placas de petri descartáveis e estéreis (Figura 16).



Figura 15: Culturas originais sofrendo esfregaço para reativação em BHI-ágar



Figura 16: placas sendo vertidas com BHI-ágar contendo as espécies

Após a gelificação do meio de cultura, foram confeccionados poços equidistantes no ágar com o auxílio de cilindros esterilizados com 4 mm de diâmetro. Foram realizados testes com dois grupos do cimento experimental, um grupo contendo HMP e outro grupo sem HMP (somente com óxido de zircônio, clínquer e hidróxido de cálcio). No centro das placas, discos de papel filtro foram inseridos (Figura 17) e embebecidos com 3 μ L de uma solução de digluconato de clorexidina (CHX) à 0,2%, que funciona como o controle positivo.



Figura 17: inserção dos discos de papel ao centro de cada placa

As placas foram mantidas em condições ambientes até que seu meio resfriasse por completo e, em seguida, foram levadas para uma estufa e mantidas à 37 °C por 24 horas. Após este período, pode-se observar a formação dos halos nas placas. Os halos foram marcados com o auxílio de caneta permanente e duas medidas de cada halo foram realizadas com a ajuda de

um paquímetro digital. Todos os valores foram anotados e posteriormente analisados estatisticamente seguindo o modelo ONE- WAY ANOVA de Kruskal- Wallis, seguido do método de Dunn.

4.7 Microscopia Eletrônica de Varredura- MEV

A técnica de microscopia eletrônica de varredura foi utilizada para analisar a formação de aglomerados ou de poros na matriz cimentícia.

Duas pastilhas do cimento foram feitas inicialmente com a espatulação do cimento. Após, moldes com 2 mm de espessura e 10 mm de diâmetro interno foram preenchidos e levados para a cabine com temperatura de 37°C e umidade relativa do ar de 95% e mantidos lá por um período igual a duas vezes o tempo de presa do material. As amostras foram desenformadas e levadas para análise.

As amostras foram recobertas com uma fina camada de ouro e levadas ao equipamento da marca Zeiss modelo EVO/LS15 (Figura 17) localizado no Departamento de Física e Química da Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira- FEIS/ UNESP.

4.8 Espectroscopia na região do infravermelho- FTIR

A técnica de espectroscopia na região do infravermelho foi utilizada para se obter os picos característicos dos materiais utilizados na formulação do cimento experimental, bem como do próprio cimento em si. Foram pesados 3 mg de da pastilha do cimento experimental após tomar presa e adicionado com 140mg de brometo de potássio (KBr). A mistura foi macerada e homogeneizada em um almofariz. A mesma proporção foi utilizada para a maceração e confecção das pastilhas de cada um dos constituintes do cimentos.

Após, cada um foi levado para um pastilhador e finas pastilhas de cada material foram feitas e utilizadas para análise no aparelho. Os espectros foram obtidos em um espectrofotômetro Nicolet modelo NEXUS 670, na região de 400 a 4000 cm^{-1} , usando resolução de 4 cm^{-1} e 256 varreduras.

4.9 Liberação de íons

O estudo de liberação de íons tem por finalidade avaliar o pH, condutividade e liberação de íons cálcio de soluções aquosas em função do tempo.

Por não existir uma metodologia específica que normatize estes testes, existe uma grande variedade de dimensão da amostra, tempo de armazenamento, total de dias de troca, entre outros. Para isso, adotou-se neste trabalho a metodologia proposta por Brandão (1999) e Santos (2009).

Foram usados cilindros de plástico com dimensões de 1 mm de diâmetro interno e 11 mm de altura, com uma perfuração interna de 10mm, sem atravessar o fundo do cilindro (Figura 18). O cimento experimental foi inserido com o auxílio de uma lima acoplada a um condensador de MacSpaddem adaptado a um motor de baixa rotação. O material era inserido aos poucos até a borda do tubo de plástico e o excesso na extremidade era retirado com o auxílio de uma gaze esterilizada. Foram preparadas dez amostras do cimento. Os tubos de plástico foram pesados antes e depois de preenchidos para padronização da massa de material que foi inserida em seu interior. Os que apresentassem grande diferença eram descartados e um novo era feito.



Figura 18: porta amostras para o testes de liberação

Após isso, as amostras individualmente eram imersa em frascos de plástico com tampa contendo 10 mL de água deionizada enumerados de 1 a 10 e contendo a anotação dos dias das trocas, que foram com 24, 48, 72, 96 e 120 horas (Figura 19). Os frascos então foram levados a cabine com temperatura de 37°C e umidade relativa do ar de 95%. Os valores de pH, condutividade e liberação de íons cálcio da água deionizada foram medidos previamente (controle).



Figura 19: frascos contendo a anotação da amostra e horário da troca

Os frascos, com os corpos de prova, foram mantidos por 24 horas até que ocorresse a primeira troca. Após, os corpos de prova foram transferidos para outros frascos com nova água deionizada e mantidos lá por mais 24 horas totalizando 48 horas. Este procedimento foi repetido sucessivamente até que completasse 120 horas de análise. Os frascos com água, antes de receberem os corpos de prova foram mantidos nas mesmas condições por 24 horas.

Após as trocas, os frascos, que haviam recebido o corpo de prova, foram levados para as medidas de pH, condutividade e liberação de íons Ca^{2+} . O pH foi medido num pHmêtro, calibrado com soluções padrões de pH 4,0 e 7,0. As medidas da condutividade foram realizadas para assegurar que o cálcio na solução estava na forma iônica. Para isso, foi utilizado um condutivímetro, previamente calibrado com um padrão de cálcio de $1,412\mu\text{S}/\text{cm}$ à 25°C .

Antes de se iniciar as medidas de liberação de cálcio, foi adicionado lantânio em cada uma das amostras e após isso elas foram levadas a um espectrômetro de absorção atômica de chama ar-acetileno da marca VARIAN, modelo SPECTRAA 55 B utilizando-se a linha de emissão mais intensa do cálcio, de 422,7 nm.

Todos os resultados foram analisados estatisticamente no programa Sisvar pelo teste de Tukey a 95% de probabilidade.

4.10 Selabilidade

A selabilidade foi determinada através de teste chamado filtração de fluidos, o qual foi realizado na Faculdade de Odontologia de Araçatuba- FOA.

Para este experimento foram utilizadas dez raízes completamente formadas de dentes molares superiores e inferiores com um único canal, bi ou multirradiculares, sem defeitos, cáries, processos de reabsorção ou canais tratados. As coroas foram removidas na altura da junção cimento/ esmalte com a ajuda de um disco de corte diamantado dupla-face, acoplado a um aparelho de corte Speedy Diamond com rotação de 60 rpm com líquido de arrefecimento, obtendo um comprimento radicular de (12 ± 1) mm (Figura 20).



Figura 20: porção radicular com (12 ± 1) mm de comprimento

Os canais foram preparados biomecanicamente pelo sistema rotatório Protaper (Dentsply- Maillefer, Suíça) com limas rotatórias Protaper na seguinte sequência de tamanhos: S1 roxo, S2 branca e F1 amarela. As limas foram introduzidas no canal até que a ponta ficasse visível no forame apical (Figura 21). Durante o preparo, a cada troca de instrumento, o canal era irrigado com 3 mL de solução de hipoclorito de sódio a 5,25%. A irrigação foi feita com uma seringa descartável e agulha de 27-gauge needle.

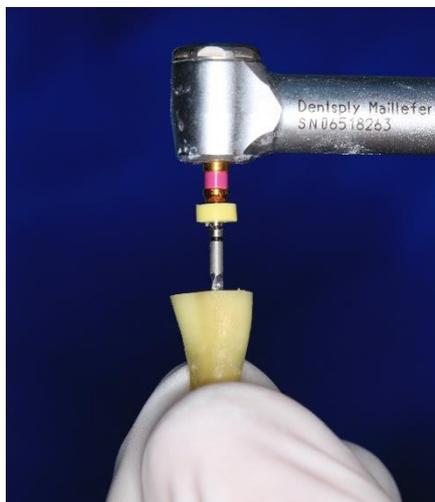


Figura 21: preparo biomecânico do canal radicular

Ao final da instrumentação, 2 mL de hipoclorito de sódio a 5,25% foi deixado no interior de cada canal por cinco minutos e em seguida os canais foram lavados abundantemente com soro fisiológico e secos com papel absorvente. Após, 3 mL de EDTA a 10% foi deixado no interior de cada canal por 3 min e em seguida os canais foram lavados abundantemente com soro fisiológico. Eles permaneceram na cabine com umidade e temperatura controlados, imersos em água deionizada até que fossem obturados. Após, uma lima rotatória foi novamente passada no interior dos canais para garantir abertura adequada e os canais foram secos.

No ápice de cada elemento dentário foi inserido uma pequena quantidade do CER (cimento experimental obturador endodôntico) desenvolvido por Santos, 2004, com a função de selar esse canal, pois o material experimental desenvolvido neste trabalho se mostra muito solúvel, o que impossibilitaria a realização deste teste. Após, o canal foi obturado com o cimento experimental até próximo ao final do canal, onde uma nova quantidade de CER foi adicionada, selando assim, as duas extremidades do canal. Um tubo de aço inoxidável com 12 mm de comprimento foi inserido na abertura do canal e selado com cola cianoacrilato.

Após, eles foram mantidos novamente na cabine com umidade e temperatura controladas porém sem imersão em água durante 24 horas para que a dentina pudesse absorver umidade e não influenciasse na quantidade de água que passaria pelo canal durante o teste. Então as espécimes foram impermeabilizadas com duas camadas de esmalte de unha, à exceção de 1 mm ao redor do forame apical e então foram mantidas em temperatura ambiente até que o esmalte secasse por completo.

Para os testes, cada corpo de prova foi fixado a um disco de PVC colando-o pelo tubo de aço, para adaptá-lo ao sistema do equipamento utilizado, medidor de permeabilidade dentinária da Odeme Dental Reserach, modelo THD03d (Figura 22). O corpo de prova é posicionado no extremo de um capilar, no qual se controla a movimentação de uma bolha de ar. Na medida utiliza-se uma pressão de 3 psi; 30 s após o sistema estar pressionado zera-se a posição da bolha de ar e a medida da movimentação da bolha é feita quando completar 3 minutos.



Figura 22: aparelho que mede a permeabilidade

A selabilidade é determinada utilizando o fluxo de líquido que passa pela amostra, normalizado pela pressão utilizada no teste, ou seja,

$$S = \frac{\text{Volume deslocado}}{\text{Tempo} \times \text{pressão}} = \frac{\pi r^2 L}{t p}$$

Onde:

r é o raio interno do capilar (0,525 mm), L é o deslocamento da bolha (em mm), t o tempo de medida (3 min) e p a pressão em cmH₂O.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Tempo de presa

A Tabela 2 apresenta os valores do tempo de presa de cada amostra do cimento experimental bem como seu respectivo valor médio e desvio padrão:

Tabela 2: tempo de presa, em minutos do cimento experimental (CE)

Amostra	1	2	3	4	5	Média	DP
Tempo (min)	370,00	370,00	360,00	365,00	370,00	367,00	4,47

Na literatura, são reportados valores do tempo de presa de alguns cimentos obturadores comerciais: $(580,6\pm 3,05)$ e $(579\pm 4,95)$ min para o AH Plus (FLORES, 2009 e MARÍN-BAUZA et al., 2012, respectivamente), $(252\pm 18,58)$ min para o MTA-Fillapex (VALE, 2014) e 30 min para o Sealapex (LEONARDO, 2005).

O cimento experimental apresentado neste estudo, possui um tempo de presa maior que os cimentos Sealapex (LEONARDO, 2005) e MTA-Fillapex (VALE, 2014), considerados cimentos com baixo tempo de presa para conduta clínica, e menor que o cimento AH Plus. A norma que padroniza este teste, a Especificação nº 57 da ADA, não estabelece um tempo ideal para o tempo de presa de materiais obturadores.

Antonijevic et al., (2014) reportaram que o óxido de bismuto, agente radiopacificador do MTA, quando adicionado ao cimento Portland aumenta significativamente o tempo de presa do cimento. Ele afirma que isso pode estar relacionado com a interação entre esse material e o processo de hidratação do cimento. O mesmo não acontece quando o óxido de zircônio é adicionado ao cimento Portland. Ele afirma, que um tempo de presa reduzido é importante para que o profissional possa preencher o canal com material restaurador na mesma sessão, assim reduzindo o número de sessões clínicas. Também esse tempo reduzido diminui uma possível perda de material para o meio e evita possíveis contaminações.

Pode-se dizer que o tempo de presa do cimento experimental é adequado se comparado aos três cimentos comerciais apresentados, pois apresenta um valor mediano em relação a eles. Este tempo permite que o profissional, caso necessário, possa remover o cimento do canal na mesma sessão e obturar novamente, caso ocorra algum problema durante a sessão clínica.

5.2 Radiopacidade

A Tabela 3 apresenta os valores obtidos de radiopacidade de cada amostra do cimento experimental bem como a da média desses valores e desvio padrão (DP):

Tabela 3: radiopacidade em mm de alumínio do cimento experimental

Amostra	1	2	3	4	Média	DP
Medida	3,17	3,18	3,15	3,33	3,20	0,08

De acordo com a Especificação nº 57 da ANSI/ ADA, todo material obturador de canal deve apresentar radiopacidade superior ao equivalente a 3 mm de espessura de alumínio. Na composição do cimento experimental, o adicionamento de 20% em massa do óxido de zircônio é o suficiente para atender a especificação.

Substâncias radiopacas são introduzidos em materiais dentários para permitir o profissional, através de uma análise radiográfica, fazer a distinção entre tecidos humanos e materiais introduzidos em um tratamento odontológico. A radiopacidade depende da densidade e do número atômico efetivo (Z_{ef}) do material, visto que o mesmo é constituído por diferentes elementos químicos (ZENÓBIO, 2012). O Z_{ef} é o parâmetro frequentemente utilizado para caracterizar a interação da radiação eletromagnética, no caso fótons de raios-x, com tecidos humanos. Quanto maior for o Z_{ef} maior será a atenuação ou absorção da radiação raios-x. A dentina tem um número atômico efetivo igual a 12,5 e densidade entre 2 e 2,3 g/cm³.

Duarte et al., (2009), realizou um estudo da radiopacidade do cimento Portland, associando-o a diferentes radiopacificadores contendo Bi ($Z = 83$), Pb ($Z = 82$), W ($Z = 74$), Ba ($Z = 56$), I ($Z = 53$), Zr ($Z = 40$) e Zn ($Z = 30$), usando a proporção 80% cimento e 20% de radiopacificador. Usando os valores da radiopacidade obtida por Duarte para os radiopacificadores óxidos (Bi_2O_3 , PbO, ZnO, ZrO_2), observa-se (Figura 23) uma correlação entre o número atômico do elemento e radiopacidade. Para cada óxido, consideramos somente o número atômico do elemento mais pesado, como identificado na figura. Para a dentina, utilizou-se o número atômico efetivo ($Z \sim 12,5$) determinado por Zenóbio e radiopacidade determinada por Duarte. Observe que a dentina tem uma radiopacidade menor que todos os óxidos considerados. Dentre os elementos existentes nos constituintes do cimento experimental, o zircônio é o que tem maior número atômico ($= 40$). Desta forma, apesar de não se conhecer qual é o Z_{ef} do cimento experimental, é o zircônio que contribui efetivamente

para dar ao mesmo a radiopacidade necessária e com contraste diferente da dentina. O que se espera desta análise, é que o material no canal dentário absorverá mais radiação do que a dentina e, conseqüentemente, a região com o material será mais clara do que a região da dentina. Para comprovar esta análise, a Figura 24 mostra a radiografia obtida de um canal obturado com o cimento experimental.

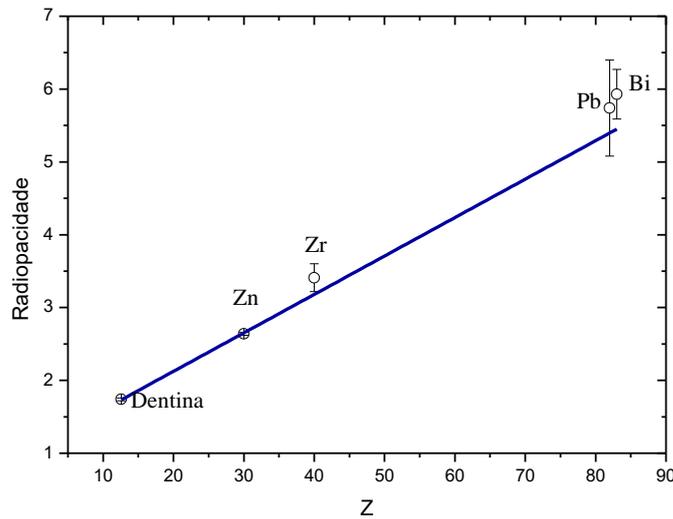


Figura 23: Radiopacidade versus número atômico. (Fonte de dados: Duarte et al., 2009 e Zenôbio, 2012)

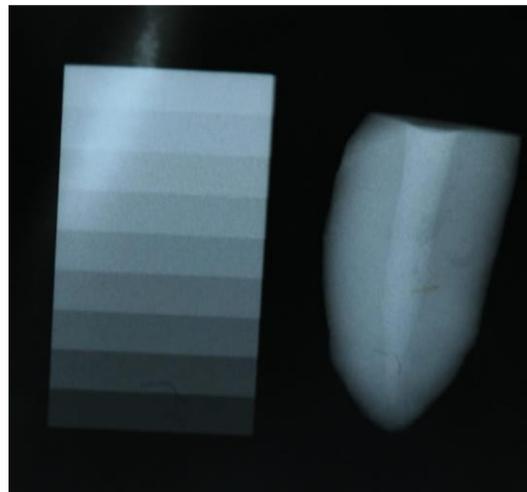


Figura 24: Imagem de um elemento dentário obturado com o cimento experimental

A proporção de 20% de radiopacificador (óxido de zircônio) em relação ao total de pó-cimento utilizado, conferiu um valor de 3,2 mAl de radiopacidade ao cimento experimental. Como o cimento experimental tem uma radiopacidade superior à dentina o profissional não terá dificuldade de identificar o preenchimento do canal. A incorporação de maior percentagem em massa na composição sem dúvida aumentaria a radiopacidade do

cimento. Contudo, uma menor quantidade dos demais constituintes poderia resultar numa diminuição do poder antimicrobiano. A vantagem de se usar o óxido de zircônio quando comparado com o óxido de bismuto está no custo. Outra vantagem está associada ao fato do óxido de bismuto causar escurecimento a longo prazo nos dentes, o que não acontece com o óxido de zircônio.

5.3 Variação dimensional

A Tabela 4 apresenta os valores do diâmetro, em mm, interno dos moldes e das amostras de cimento. Para cada amostra, de um total de cinco, foram realizadas duas medidas do diâmetro.

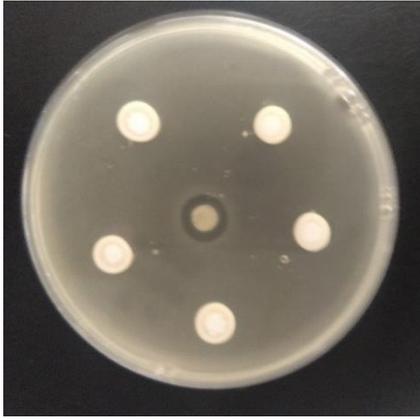
Tabela 4: medidas do diâmetro interno dos moldes e das amostras do cimento experimental

Amostra	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	Média	D P
Medida (mm)	9,95	9,98	9,97	9,96	9,94	9,97	9,95	9,97	9,95	9,94	9,96	0,0 1
Molde (mm)	10,01	10,01	10,02	10,01	10,02	10,01	10,01	10,02	10,01	10,01	10,01	0,0 1

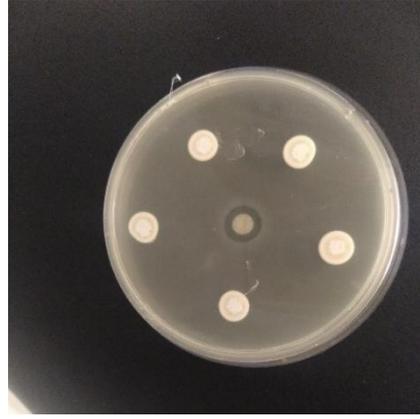
A alteração dimensional tem papel fundamental no selamento hermético dos canais radiculares, ou seja, a contração do cimento não pode gerar lacunas entre o material e as paredes do canal. Durante o desenvolvimento do material, a contração foi controlada variando a percentagem, em massa, dos constituintes clínquer e hidróxido de cálcio e pela proporção pó/líquido, como pode ser observado pela Tabela 1.

5.4 Avaliação da atividade antimicrobiana- halo de inibição

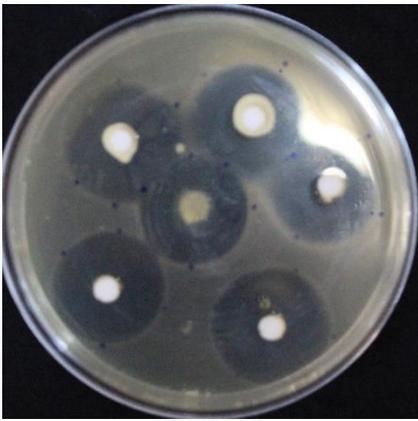
A Figura 24 mostra as fotos das placas com os halos de cada microrganismo testado para os grupos de amostras com (coluna esquerda) e sem (coluna direita) HMP. Os valores médios e respectivos desvios padrão dos diâmetros dos halos são apresentados na Figura 25.



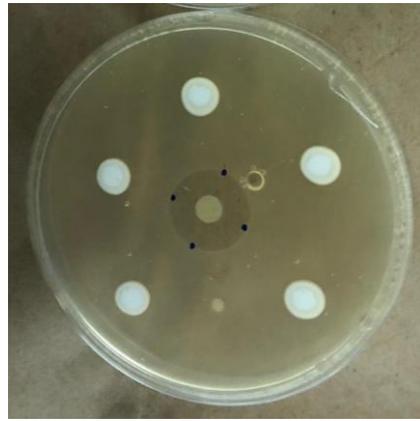
(a)



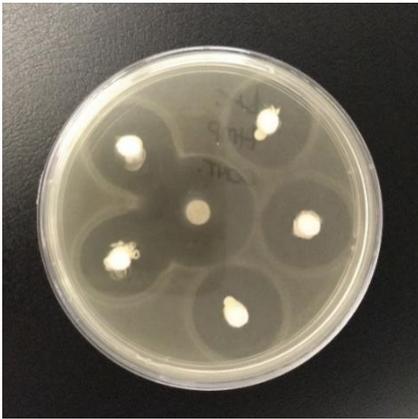
(f)



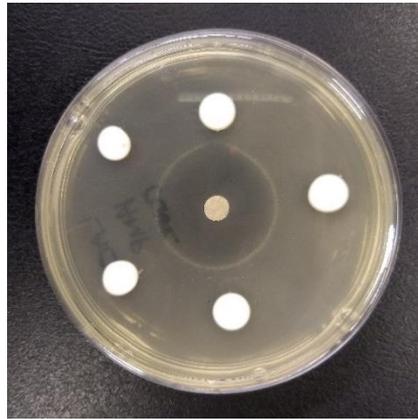
(b)



(g)



(c)



(h)

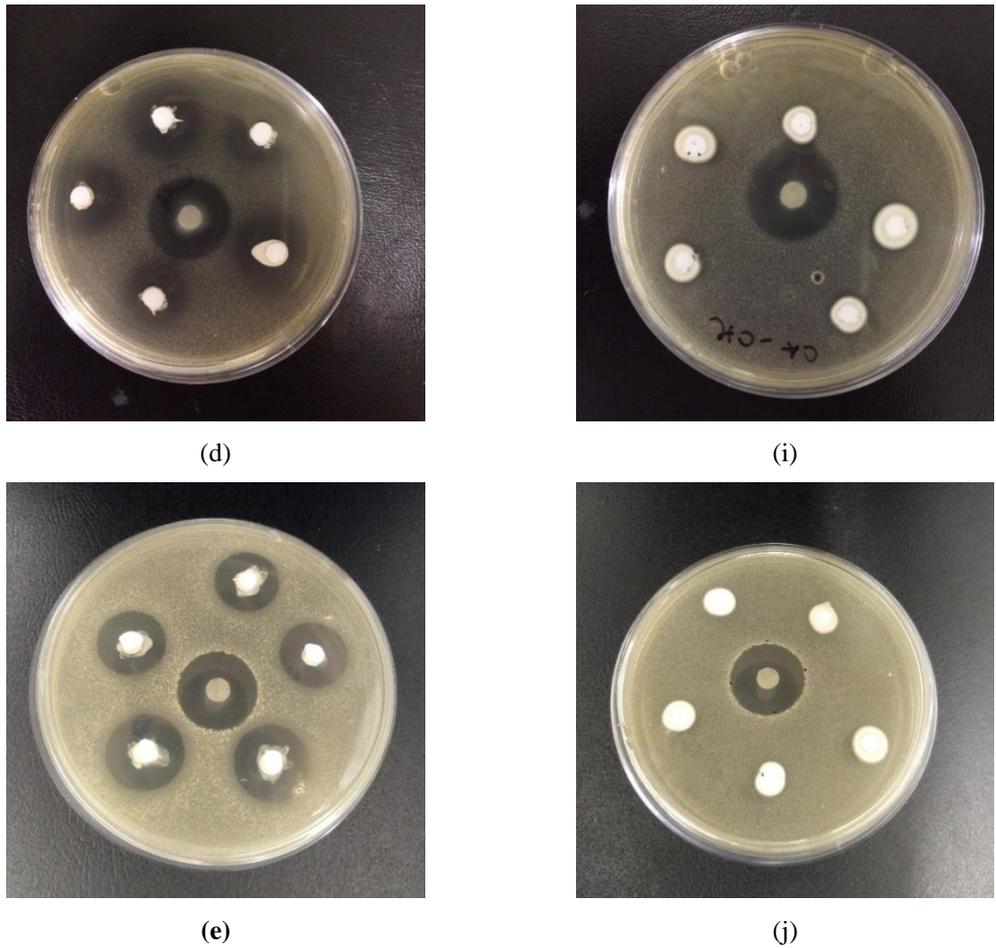


Figura 24: placas com as espécies *E. faecalis* (a e f), *S. mutans* (b e g), *L. casei* (c e h), *C. albicans* (d e i) e *A. israeli* (e e j), das amostras com (coluna da esquerda) e sem (coluna da direita) HMP.

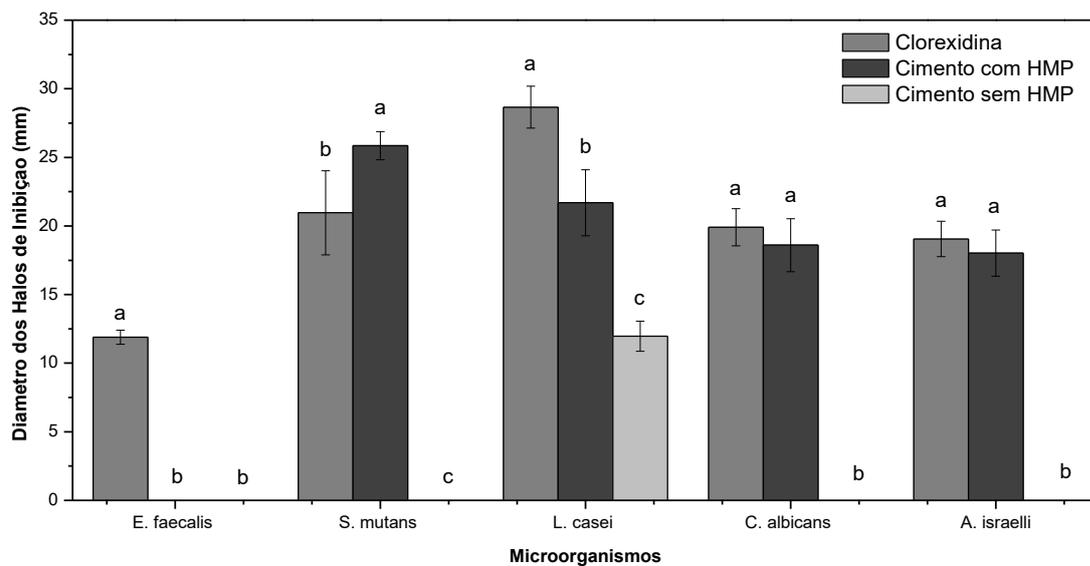


Figura 25: valores médios, com respectivos desvio padrão, dos halos de inibição de acordo com os grupos de microrganismos. Letras distintas mostram diferença estatística entre os grupos analisados para cada microrganismo

Pode-se observar que a o único microrganismo no qual o tamanho de halo de inibição do cimento experimental (amostras com HMP) superou estatisticamente o tamanho dos halos da clorexidina foi para a *S. mutans*. Já para os valores da *C. albicans* e do *A. israeli* os grupos com HMP e clorexidina se mostraram iguais estatisticamente, apesar dos halos da clorexidina possuírem valores ligeiramente maiores. No caso do *L. casei*, nota-se que o halo da clorexidina apresentou, estatisticamente, maior diâmetro de inibição em relação a amostra com HMP. Apenas para o *L. casei* houve a formação de halos no grupo sem HMP, porém ainda sim este apresenta diferença estatística com a amostra contendo HMP e clorexidina. Para o microrganismo *E. faecalis* apenas a clorexidina apresentou formação de halo.

A bactéria *E. faecalis* é uma espécie de bactéria que, apesar de ocupar uma pequena parte na flora microbiana presente no canal radicular não tratado, desempenha um importante papel nas etiologias que acometem o canal após tratamento, pois em canais com falha de tratamento, elas se tornam o principal microrganismo da flora (STUART et al., 2006). Ela é muito resistente por possuir a capacidade de adaptar-se à ambientes adversos como um que possua, por exemplo, um pH alcalino extremo ou onde haja altas concentrações de sais. (STUART et al., 2006), (ATHANASSIADIS et al., 2007). Apesar do hidróxido de cálcio, presente na composição do CE, elevar o pH do meio (7,43 nas primeiras 24h), tornando o ambiente inóspito para muitas bactérias, o pH deve atingir um valor próximo de 11,5 para provocar a morte desta bactéria. Este valor é muito difícil de ser alcançado nos túbulos dentinários onde a *E. faecalis* tem capacidade de penetrar (SLUTZKY et al., 2006). Não se sabe ao certo o valor exato que o pH do meio deve estar para provocar a morte efetiva desta bactéria. Porém, um estudo revela que cepas de *E. faecalis* em tubos com o pH entre 10,5 a 11 retardavam o crescimento bacteriano, enquanto tubos com o pH maior que 11,5 inibiam o crescimento (McHUGH et al., 2004). A *E. faecalis* sobrevive ao pH elevado devido a sua capacidade de liberar prótons através da membrana citoplasmática com o intuito de manter o pH intracelular normalizado. Como o tratamento endodôntico envolve quase sempre o uso de hipoclorito de sódio na irrigação ou hidróxido de cálcio em curativos de demora ou permanentes, a *E. faecalis* sempre é exposta a pHs alcalinos, o que vai proporcionando uma certa resistência e adaptação por parte da bactéria (EVANS et al., 2002).

Este microrganismo também é resistente ao hexametáfosfato de sódio como mostra o estudo de Lorencová et al. (2012), que testaram várias cepas de microrganismos com diferentes fosfatos e polifosfatos. Entre todas as bactérias Gram-positivas testadas a *E. faecalis* foi a mais resistente contra quase todos os fosfatos testados, exceto para o fosfato

trissódico que apresentou uma pequena inibição contra ela, por possuir um menor número de átomos de fósforo em sua estrutura. Fosfatos de cadeia curta tendem a ser mais eficazes contra as bactérias quando comparados a fosfatos de cadeia longa.

Outros estudos também apresentam resultados de atividade antimicrobiana de alguns cimentos comerciais para a *Enterococcus faecalis*. Todos os estudos comparativos para os cimentos AH Plus, Sealapex e MTA-Fillapex foram feitos a partir do método de difusão em ágar. Para o cimento AH Plus obteve-se os seguintes valores de halo de inibição: 1,20 mm (POGGIO et al., 2017), 0 mm (MIYAGAK et al., 2006) e 7,7 mm (LEONARDO et al., 2000). Para o cimento Sealapex obteve-se os seguintes valores de halo de inibição: 0,2 mm (POGGIO et al., 2017), 0 mm (MIYAGAK et al., 2006), 13 mm (LEONARDO et al., 2000), 2,16 mm (BODRUMLU e SEMIZ, 2006), 14 mm (SIPERT et al., 2005) e 13 mm (QUEIROZ et al., 2009). Já para o cimento MTA-Fillapex obteve-se os seguintes valores de halo de inibição: 7,32 mm (MORGENTAL et al., 2011) e 0,3 mm (POGGIO et al., 2017). Observando os resultados para os três cimentos, pode-se ver que as vezes há divergência de valores de um estudo para outro, o que poderia ser explicado por alguma mudança na metodologia, apesar de todos usarem difusão em ágar. Os três cimentos apresentam valores muito pequenos de halo de inibição, assim, confirmando a alta resistência deste microrganismo à vários medicamentos. Apenas o cimento Sealapex apresentou valores um pouco maiores de halo, o que pode ser explicado pelo fato do cimento ser constituído em sua maioria por hidróxido de cálcio, o que aumentaria significativamente o pH do meio, tornando o ambiente inóspito e difícil para o crescimento desta bactéria.

Para as bactérias *A. israeli*, *L. casei* e *S. mutans*, o HMP se mostra efetivo em sua ação inibitória mediante o uso de concentrações mais elevadas, como mostra o estudo de Hosida (2015). A hipótese mais aceitável para inibição destas bactérias é de que o HMP funcionaria semelhante a um quelante muito conhecido, o EDTA (ácido etilenodiamino tetra- acético). O hexametáfosfato de sódio tem a propriedade de quelar, ou seja, “sequestrar” íons metálicos bivalentes que estão presentes na membrana celular das bactérias. Estes íons são de suma importância para a manutenção da barreira de permeabilidade das células bacterianas. O HMP teria formado complexos com os íons Mg^{2+} presentes na membrana e com isso causou uma alteração na estrutura da parede celular, alterando a permeabilidade seletiva da membrana citoplasmática. Esta alteração levou ao descontrole da osmorregulação celular, resultando no declínio das funções metabólicas, causando assim um declínio no crescimento bacteriano (LORENCOVÁ et al., 2012), (PRAKASH, 2000), (SHIBATA e MORIOKA, 1982). Os

fosfatos possuem um alto grau de atividade superficial, o que facilita agregar-se à superfície das bactérias quando em contato com as mesmas. A membrana celular das bactérias contém um quelante próprio que ajuda na seleção de íons que a atravessarão ou não. O HMP por ser um quelante, compete com os quelantes naturais da membrana pela ligação dos íons e consegue remover seletivamente cálcio, magnésio e outros íons tanto da membrana quanto da parede celular ou citoplasma (PRAKASH, 2000).

A parede celular de quase todas as bactérias Gram-positivas (no caso deste estudo todas são) consiste em uma espessa camada de peptidoglicano e grandes quantidades de ácido teicóico. Esses polímeros tem a capacidade de adquirir forte ligação com íons metálicos e são responsáveis por manter, na superfície, uma alta concentração de cátions bivalentes como (Ca^{2+} , Mg^{2+} , Fe^{3+}). Como dito anteriormente, os fosfatos possuem alta capacidade de remover íons da membrana. No caso das bactérias Gram-negativas, seu sistema de ligação e transporte de íons metálicos até a superfície ocorre de forma mais organizada e eficiente, onde os fosfatos não conseguem “roubar” íons tão facilmente dessas bactérias, fazendo com que os mesmos não sejam tão efetivos na inibição quanto para o caso de bactérias Gram-positivas (PRAKASH, 2000).

Para a bactéria *L. casei* houve crescimento de halo de inibição no grupo sem HMP, causado pela presença do hidróxido de cálcio, como foi observado no estudo realizado por Taylor et al., (1989). Por outro lado, esse mesmo grupo, não apresentou halo de inibição para o fungo diploide *C. albicans*. Estudos revelam que as espécies de *Candida*, principalmente a *C. albicans* encontradas no ambiente bucal são altamente resistentes ao hidróxido de cálcio (WALTIMO et al., 1999).

Estudos sobre a atividade antimicrobiana de cimentos comerciais contra a bactéria *Streptococcus mutans* em testes de difusão em ágar, que poderiam ser usados para fim de comparação, foram encontrados apenas resultados para os cimentos AH Plus: 15,0 mm (LEONARDO et al., 2000), 9,8 mm (GJORGIEVSKA et al., 2013), 14 mm (LAI et al., 2001) e para o MTA-Fillapex: 13 mm (LEONARDO et al., 2000), 11 mm (QUEIROZ et al., 2009) e 20 mm (LAI et al., 2001). Em comparação, pode-se ver que o CE mostrou-se ser mais eficaz contra esta bactéria.

Já para as bactérias *Actinomyces israeli* e *Lactobacillus casei* não foram encontrados muitos estudos sobre a atividade antimicrobiana em testes de difusão em ágar dos cimentos

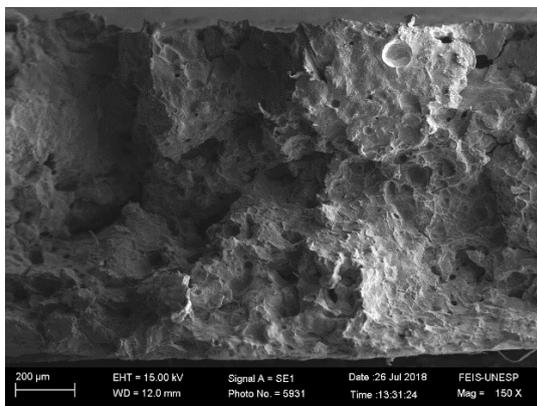
comerciais que estão sendo usados para fins de comparação neste trabalho. Apenas foi obtido um resultado para o Sealapex para a *A. israeli*: 6,0 mm (SIQUEIRA e GONÇALVES, 1996) e para o AH Plus para *L. casei*: 9,0 mm (GJORGIEVSKA et al., 2013). Comparando os valores reportados com os obtidos para o cimento experimental, 18,02 mm para a *A. israeli* e 21,69 mm para a *L. casei*, observa-se que o CE apresentou melhor resultado contra ambas bactérias.

Para o fungo *Candida albicans*, foi encontrado estudos de atividade antimicrobiana em difusão em ágar apenas para os cimentos AH Plus e Sealapex. Para o cimento AH Plus obteve-se os seguintes resultados: 10 mm (MIYAGAK et al., 2006) e 16 mm (RAMACHANDRA et al., 2016). Já para cimento Sealapex obteve-se os seguintes resultados: 10 mm (MIYAGAK et al., 2006), 10 mm (RAMACHANDRA et al., 2016) e 13 mm (SIPERT et al., 2005). Comparando os resultados obtidos nos estudos com o do CE (18,6 mm), pode-se ver que o cimento deste estudo apresenta valores maiores que ambos os cimentos. O mecanismo de inibição deste fungo ainda é desconhecido para todos os cimentos.

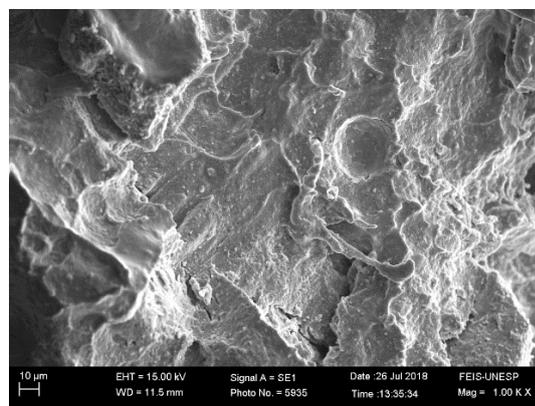
O surgimento de halo de inibição no grupo contendo HMP para o fungo *C. albicans*, pouco se entende, pois na literatura não há estudos que comprovem a ação antifúngica do HMP em relação a *Candida albicans*. Contudo, há um estudo que reporta o tratamento de cerejas com fosfatos com o intuito de prolongar seu tempo de conservação e preservação aos fungos *Penicillium expansum*, *Rhizopus nigricans* e *Botrytis sp* (POST et al., 1968). No estudo, o HMP se mostrou eficiente no prolongamento do tempo de conservação da cereja e inibição dos três fungos. Porém, somente com a imersão das cerejas em uma concentração mais elevada de HMP, (5 e 10%). O autor do estudo indica que, inicialmente, os esporos dos fungos são impedidos e, com o passar dos dias, alguns germinam e dão início ao desenvolvimento micelial. Segundo os autores, os mecanismos de ação dos fosfatos contra os fungos são desconhecidos, porém podem envolver a quelatação de íons metálicos vitais para os fungos e, o crescimento do organismo após um tempo pode envolver a degradação dos polifosfatos pelas células resistentes através da ação de fosfatase.

5.5 Microscopia eletrônica de Varredura (MEV)

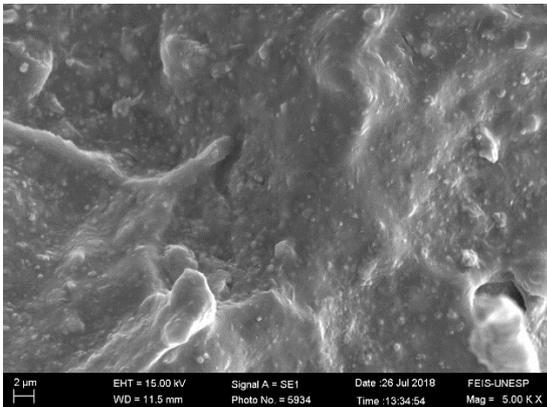
A Figura 26 apresenta imagens obtidas de uma amostra do cimento experimental, com ampliação de 150x (a), 1.000x (b), 5.000x (c) e 10.000x(d). As imagens foram obtidas do interior da amostra, ou seja, da região da espessura. Para tanto, a amostra foi fraturada em duas partes. É possível, com ampliação de 150x, a presença de poros. Os poros maiores possuem um tamanho médio de 91,67 μm e as menores de 16,67 μm . Nas imagens obtidas com 5.000x e 10.000x é possível ver a formação de pequenos aglomerados de dimensões menores do que 1 microm. Uma análise mais aprofundada depende de análise por espectroscopia de energia dispersiva (EDS).



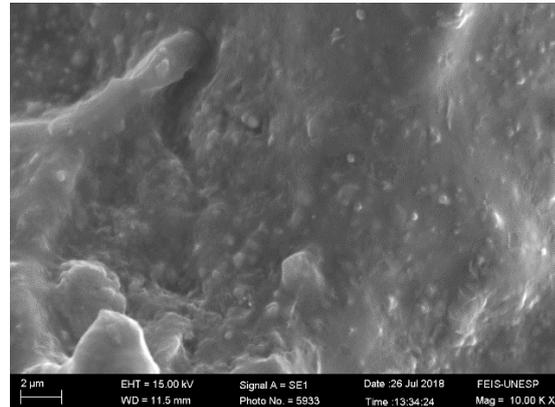
(a)



(b)



(c)



(d)

Figura 26: imagens de amostra do cimento experimental obtidas com ampliação de (a) 150x; (b) 1.000x; (c) 5.000x e (d) 10.000x.

5.6 Espectroscopia na região do infravermelho (FTIR)

A Figura 27 mostra os espectros infravermelho obtidos dos componentes e do cimento experimental. Do espectro do CE podemos observar picos de absorção em 528, 728, 900, 1103, 1276, 1675, 2854, 2925, 3168 e 3619 cm^{-1} . A Tabela 5 apresenta as sugestões de atribuições a cada uma destas absorções. A absorção em 528 cm^{-1} aparece tanto no clínquer como no HMP. No clínquer, esta banda é atribuída à vibração de deformação angular do Si–O fora do plano (GOVINDARAJAN, 2011). Contudo, essa banda é muito intensa no HMP e na composição do cimento a quantidade de HMP é 14 vezes mais do que clínquer. A banda em 900 cm^{-1} aparece no clínquer em 921 cm^{-1} , atribuída a vibração estiramento assimétrico Si–O no silicato tricálcio e/ou silicato dicálcio [Govindarajan 2011], e no HMP em 887 cm^{-1} . Em ambos materiais esta banda é intensa. Esta banda de absorção também aparece no hidróxido de cálcio, porém sua intensidade é baixa comparada aos dois outros componentes. Aqui atribuímos esta absorção também ao HMP devido o cimento ter muito mais HMP que clínquer. A absorção em 1103 cm^{-1} aparece tanto no HMP como no clínquer, sendo neste último atribuída ao estiramento do grupo SO_4^{2-} (GOVINDARAJAN, 2011; TREZZA, 2007 e YLMÉN, 2009). Da mesma forma, atribuímos aqui ao HMP pela sua maior quantidade na composição do cimento.

Tabela 5: atribuições das absorções encontradas nos espectros

Absorção (cm^{-1})	Modo vibracional sugerido	Referência
528	Deformação angular assimétrica O–P–O	LU et al., 2019
728	Estiramento simétrico em P–O–P	MARZOUK et al., 2017
900	Estiramento assimétrico em P–O–P	LU et al., 2019
1103	Estiramento assimétrico do grupo terminal PO_3	LU et al., 2019 e FROST et al., 2013
1276	Estiramento assimétrico da P=O	LU et al., 2019 e MARZOUK et al., 2017
1675	Deformação angular do grupo Zr–OH	WAGHMARE et al., 2017 e SU et al., 2013
2854	Estiramento C–H	GNANAMOORTHY et al., 2015 e TAHERI et al., 2015
2925		

3168	Estiramento OH	CARVALHO et al., 2016 e FRANCO, 2009
3619		MASTRANTONIO, et al. 2015

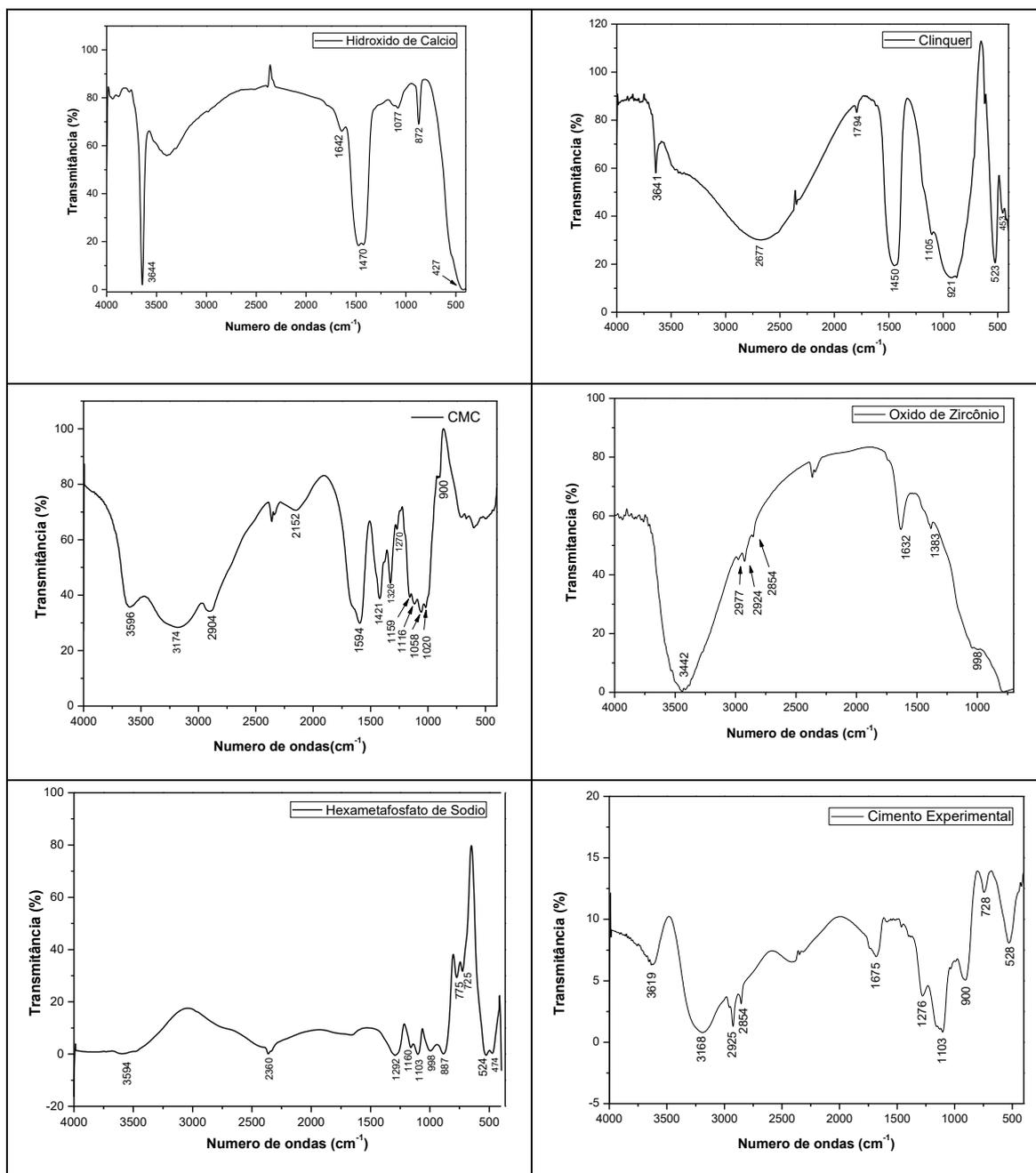


Figura 27: espectros infravermelho dos componentes e do cimento experimental a base de hexametáfosfato de sódio

Foi realizado o estudo espectroscópico FTIR do cimento experimental, a fim de caracterizar este material após tomar presa.

5.7 Liberação de íons

Com o estudo de liberação de íons pode-se obter para as amostras valores de pH, condutividade e concentração de íons cálcio. Eles estão dispostos na Tabela 6. Os valores mostrados são os valores médios das dez amostras para cada tempo e seu respectivo desvio padrão. Os valores para 0h são referentes a água deionizada antes de receber as amostras.

Tabela 6: valores médios de pH, condutividade e concentração de íons cálcio para o cimento experimental

Tempo (h)	pH	Condutividade ($\mu\text{S}/\text{cm}$)	Íons cálcio (ppm)
0	6,0	6,88	-0,50
24	$7,43 \pm 0,16^{a*}$	$305,6 \pm 67,16^a$	$4,58 \pm 1,15^a$
48	$7,03 \pm 0,16^b$	$75,53 \pm 52,45^b$	$2,16 \pm 1,41^b$
72	$6,87 \pm 0,12^{b,c}$	$51,39 \pm 31,77^{b,c}$	$1,51 \pm 1,21^{b,c}$
96	$6,72 \pm 0,17^c$	$26,66 \pm 26,81^{b,c}$	$0,75 \pm 1,12^{b,c}$
120	$6,71 \pm 0,13^c$	$18,48 \pm 11,73^c$	$0,38 \pm 0,68^{b,c}$

*Letras distintas mostram diferença estatística entre si pelo teste Tukey a 95% de probabilidade

A liberação dos íons hidroxila (OH^-) e dos íons cálcio (Ca^{2+}) presentes nos componentes hidróxido de cálcio e clínquer que ajudam a compor o cimento experimental, são de suma importância para conferir propriedades de poder antimicrobiano e reparação óssea ao material.

Os íons hidroxila alcalinizam o meio, elevando o pH bucal e tornando o ambiente inabitável para microrganismos, agindo assim como um agente antimicrobiano. Na Tabela 6 pode-se observar que, nas primeiras 24 horas, houve um aumento significativo do pH, passando de 6,0 para 7,43, indicando que o material libera grande quantidade de íons OH^- . Verificou-se também diferença estatística entre 24 e 48 horas. Após 24 h, observa-se um

comportamento de diminuição da capacidade do material liberar íons OH^- e manteve-se constante a partir de 72 horas.

Se compararmos os valores de pH do cimento experimental com os valores do AH Plus presentes em um estudo realizado por Candeiro et al., 2012, pode-se perceber que nas primeiras 24 horas o valor do pH para o AH Plus (7,53) foi bem próximo do valor do CE (7,43), indicando que houve grande liberação de íons OH^- nas primeiras horas. Já com 72 horas o valor do pH (7,42) para o AH Plus foi superior ao do CE (6,87). Pode-se comparar os resultados deste estudo com o de Candeiro et al. (2012) apenas até 72 horas. Por outro lado, se compararmos com o trabalho de SILVA et al., 2013, os resultados obtidos nos tempos de 24, 48 e 72 h são muito semelhantes aos obtidos com o CE, com uma diferença que o CE liberou um pouco mais íons OH^- , $7,43 \pm 0,16$ versus $7,08 \pm 0,21$.

Em relação ao cimento comercial Sealepex, estudado por ELDENIZ et al, 2007 que avaliou o pH em até 28 dias, o comportamento é um pouco diferente visto que as soluções aquosas não foram trocadas. De qualquer forma, observa-se que, nas primeiras 24 horas, a solução aquosa atingiu um pH de aproximado de 8,30, valor um pouco superior alcançado pelo CE (7,43).

Para o cimento MTA-Fillapex, o estudo de Silva et al., 2013 mostrou que este cimento à base de silicato de cálcio apresentou nas primeiras 24 horas um valor de pH de $9,34 \pm 0,32$, valor 25% superior àquele alcançado pelo CE. O comportamento foi o mesmo, nas primeiras 24 h uma liberação mais alta, com tendência de diminuição nos tempos de 48 e 72 h. Esta capacidade superior deve ser devido o fato do componente principal do MTA-Fillapex ser o cimento Portland que produz hidróxido de cálcio na sua hidratação. Contudo, um estudo de liberação de íons somente dos constituintes do CE daria maior subsídios para entendimento da diferença observada.

Pode-se comparar os valores de concentração de íons cálcio com o cimento comercial AH Plus realizado no estudo de Candeiro et al., 2012. Nas primeiras 24 horas, o cimento liberou uma concentração de íons cálcio de 0,182 ppm. O CE libera nas primeiras 24 h (4,58 ppm), valor superior a 20 vezes mais. Após 72 horas, o CE libera 25 vezes superior que o AH Plus. Assim, podemos concluir que o CE tem um poder muito superior para induzir a formação de tecido mineralizado, quando comparado com o cimento AH Plus.

Já para o cimento Sealapex, o estudo de Eldeniz et al., 2007 mostrou que nas primeiras 24 horas o cimento liberou uma concentração de íons cálcio de ~23 ppm, quase 5 vezes mais que o CE. Nos demais tempos estudados não permite uma comparação visto que os autores não trocaram a solução em intervalos de 24 h. A alta liberação pode ser explicada pelo fato que o cimento comercial Sealapex ser constituído basicamente de hidróxido de cálcio.

Já para o cimento comercial MTA-Fillapex não foram encontrados estudos sobre liberação de íons.

As medidas de pH, liberação de íons cálcio e condutividade é de suma importância, pois o aumento do pH contribui efetivamente para a ação antimicrobiana do cimento. Já a liberação de íons cálcio está relacionada a formação de tecido mineralizado. Não se pode afirmar que os íons liberados irão contribuir efetivamente para a formação de tecido ósseo, pois no ambiente bucal eles poderiam reagir com outras moléculas ou íons. Entretanto, somente após estudos biológicos será possível avaliar a capacidade efetiva do CE induzir a formação de tecido mineralizado.

5.8 Selabilidade

A Tabela 7 mostra os valores obtidos para a filtração de fluido pelo CE, que mede a selabilidade do material, incluindo a média e desvio padrão.

Tabela 7: valores de infiltração com sua respectiva média e desvio padrão para o cimento experimental

Amostra	1	2	3	4	5	6	7	8	9	Média	DP
Filtração (10⁻⁴ µL/cmH₂O.min)	5,06	9,71	5,33	5,20	7,39	9,30	4,79	5,74	5,74	6,47	1,89

A comparação dos valores obtidos para a selabilidade do CE torna-se difícil visto que as condições de medidas tem que ser a mesma. Na Literatura, existem três trabalhos que reportam valores de selabilidade para os cimentos comerciais AH Plus, Selapex e MTA-Fillapex, reportados por SAGSEN et al, 2006 (AH Plus e Selapex), COBANKARA et al., 2006 (AH Plus e Selapex) e BIDAR et al., 2014 (MTA-Fillapex). Todos os três obturaram os canais com os cimentos associado com a gutta-percha, diferente da forma como foi feito aqui.

Sagsen et al. reportam valores de $(3,25 \pm 0,31) 10^{-4}$ e $(4,76 \pm 2,01) 10^{-4} \mu\text{L.cmH}_2\text{O.min}^{-1}$ para os cimentos AH Plus e Sealapex, respectivamente. Cobankara et al., 2016, obtiveram valores de $(11,2 \pm 3,1) 10^{-4}$ e $(4,1 \pm 2) 10^{-4} \mu\text{L.cmH}_2\text{O.min}^{-1}$ para os cimentos AH Plus e Sealapex, respectivamente. Observa-se uma diferença significativa nos valores obtidos para o cimento AH Plus, visto que as condições de medida são muito semelhantes. Já Bidar et al., 2014, reportou um valor de selabilidade do cimento MTA-Fillapex de $(34,3 \pm 17,5) 10^{-4} \mu\text{L.cmH}_2\text{O.min}^{-1}$. Visto que o autor utilizou a mesma pressão durante o teste, demonstra que o CE, sem uso da gutta-percha, mostrou uma capacidade de selamento muito superior ao MTA-Fillapex. Em relação aos outros dois cimentos tudo indica que eles possuem uma capacidade maior de selamento, contudo, as condições utilizadas na obturação e na pressão usada dificulta a comparação. O uso da gutta-percha contribui muito para o preenchimento do canal o que contribui para melhor resultado de selamento.

6 CONCLUSÕES

Neste trabalho foram investigadas as propriedades tempo de presa, radiopacidade, variação dimensional, poder antimicrobiano, liberação de íons e selabilidade do cimento experimental a base de hexametáfosfato de sódio.

O resultado obtido para o tempo de presa foi de $(367\pm 4,47)$ min. Em comparação aos cimentos obturadores comerciais mais utilizados, este apresenta um tempo maior que do MTA-Fillapex e Sealapex e menor que o AH Plus.

A radiopacidade apresentou um valor $(3,20\pm 0,08)$ mmAl, valor esse menor que os três cimentos comerciais mais utilizados. Observou-se também que o radiopacificador óxido de zircônia é a espécie que contribui efetivamente para conferir radiopacidade a este material.

A variação dimensional apresentou um valor de 0,49% de contração. Comparando este valor com os dos cimentos comerciais apresentados, verifica-se que o CE é o único que apresenta valor estipulado pela norma.

Em relação a atividade antimicrobiana do cimento experimental, ele se mostrou estatisticamente efetivo contra todos os tipos de microrganismos testados, com exceção da bactéria *E. faecalis*. Já o grupo controle, onde não havia a presença do hexametáfosfato de sódio, houve inibição apenas para o microrganismo *L. casei*. Com isso pode-se concluir que o HMP apresenta efetivo controle de microrganismos presentes no trato bucal.

As imagens feitas no microscopia eletrônico de varredura mostraram que o material apresenta poros que variam de 16,67 a 91,67 microns. Porém, para se obter informações efetivas sobre o mesmo, uma análise de energia dispersiva (EDS) é recomendada.

Os espectros infravermelho mostram que não houve qualquer reação entre os componentes do cimento experimental. As absorções observadas nele são oriundas dos constituintes da composição do CE.

A análise de liberação de íons mostrou que nas primeiras 24 horas houve uma liberação significativa de íons hidroxila e de íons cálcio, o que elevou o pH e concentração de íons cálcio na solução. As medidas de condutividade comprovaram que o cálcio liberado estava na forma iônica. Com o passar das horas, essa liberação foi decaindo, com tendência de se manter

constante após 72 h. Com esses resultados pode-se concluir que o CE possui capacidade antimicrobiana e para promover a formação de tecido mineralizado.

O estudo de selabilidade mostrou que o CE apresenta uma boa selabilidade quando comparado com o MTA-Fillapex, mesmo não utilizando a guta-percha na obturação do canal.

No geral, os resultados obtidos mostram que o cimento experimental possui vantagens para possível uso como cimento obturador. Contudo, a realização de estudos posteriores é de suma importância para avaliar se ele realmente atenderia as necessidades clínicas de um cimento obturador.

BIBLIOGRAFIA

AMERICAN NATIONAL STANDARD. **Endodontic Sealing Material**. American Dental Association Council on Scientific Affairs, 2000. (American Dental Association Specification No. 57).

ANDREOLA, F.; CASTELLINI, E.; MAFREDINI, T.; ROMAGNOLI, M. The role of sodium hexametaphosphate in the dissolution process of kaolinite and kaolin. **Journal of European Ceramic Society**, vol. 24, p. 2113- 2124, 2004.

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. **Clinical Oral Investigations**, vol. 18, p. 1597- 1604, 2014.

ATHANASSIADIS, B.; ABBOTT, P. V.; WALSH, L. J. The use of calcium hydroxide, antibiotics and biocides as antimicrobial medicaments in endodontics. **Australian Dental Journal Supplement**, vol. 52, n. 1, p. 64- 82, 2007.

BAE, W. J.; JUE, S. S.; KIM, S. Y.; MOON, J. H.; KIM, E. C. Effects of Sodium Tri- and Hexametaphosphate on Proliferation, Differentiation, and Angiogenic Potential of Human Dental Pulp Cells. **Journal of Endodontic**, vol. 41, n. 6, p. 896- 902, 2015.

BIDAR, M.; SADEGHALHOSEINI, N.; FORGHANI, M.; ATTARAN, N. Effect of the smear layer on apical seals produced by two calcium silicate-based endodontic sealers. **Journal of Oral Science**, vol. 56, n. 3, p. 215- 219, 2014.

BRANDÃO, C. G. **Propriedades Físico- Químicas dos Cimentos Endodônticos Resinosos Sealer 26, e dos Experimentais, Sealer Plus e MBP, Comparadas às do Óxido de Zinco e Eugenol**. 1999. 172 p. Dissertação (Mestrado)- Faculdade de Odontologia de Bauru, Universidade de São Paulo, Bauru, 1999.

BRAZ, M. G.; MARCONDES, J. P.; MATSUMOTO, M. A.; DUARTE, M. A.; SALVADORI, D. M.; RIBEIRO, D. A. Genotoxicity in primary human peripheral lymphocytes after exposure to radiopacifiers in vitro. **Journal of Materials Science: Materials in Medicine**, vol. 19, n. 2, p. 601- 605, 2008.

BURGARDT, V. C. F. **Estudo das interações físico-químicas entre caseinomacropéptido e carboximetilcelulose: efeito do pH e concentração.** 2012. 165 p. Tese (Doutorado)- Programa de Pós Graduação em Engenharia de Alimentos, Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2012.

CAMARA, D. M.; MIYASAKI, M. L.; DANELON, M.; SASSAKI, K. T.; DELBEN, A. C. B. Effect of low-fluoride toothpastes combined with hexametaphosphate on in vitro enamel demineralization. **Journal of Dentistry**, vol. 42, p. 256- 262, 2014.

CAMARA, D. M.; PESSAN, J. P.; FRANCATI, T. M.; SOUZA, J. A. S.; DANELON, M.; DELBEN, A. C. B. Fluoride toothpaste supplemented with sodium hexametaphosphate reduces enamel demineralization in vitro. **Clinical Oral Investigations**, vol. 20, p. 1981-1985, 2016.

CAMARA, D. M.; PESSAN, J. P.; FRANCATI, T. M.; SOUZA, J. A. S.; DANELON, M.; DELBEN, A. C. B. Synergistic effect of fluoride and sodium hexametaphosphate in toothpaste on enamel demineralization in situ. **Journal of Dentistry**, vol. 43, p. 1249- 1254, 2015.

CANDEIRO, G. T. M.; CORREIA, F. C.; DUARTE, M. A. H.; RIBEIRO-SIQUEIRA, D. C.; GAVINI, G. Evaluation of radiopacity, pH, release of calcium ions, and flow of a bioceramic root canal sealer. **Journal of Endodontics**, vol. 38, n. 6, p. 842-845, 2012.

CARVALHO, F. G.; MANSUR, A. A. P.; MANSUR, H. S. **Nanoconjugados Fluorescentes de Pontos Quânticos de ZnS Estabilizados por Carboximetilcelulose.** In: 22º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, Natal, 2016.

CASTRO, A. G. P.; AMANCIO, O. M. S. Nutrição e fisiologia dos dentes. **Sociedade Brasileira Alimentar e Nutricional**, vol. 19/20, p. 87-104, 2000.

CÉSAR, C. A. S. **Efeito do curativo de demora à base de hidróxido de cálcio na reparação apical e periapical, pós- tratamentos de canais radiculares de dentes de cães com necrose pulpar e reação periapical crônica induzida. Análise histopatológica.** 2003. 317 p. Tese (Doutorado)- Faculdade de Odontologia de Araraquara, Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho, Araraquara, 2003.

COBANKARA, F. K.; ORUCOGLU, H.; SENGUN, A.; BELLI, S. The Quantitative Evaluation of Apical Sealing of Four Endodontic Sealers. **Journal of Endodontics**, vol. 32, n. 1, p. 66- 68, 2006.

CUTAJAR, A; MALLIA, B.; ABELA, S.; CAMILLERI, J. Replacement of radiopacifier in mineral trioxide aggregate; characterization and determination of physical properties. **Dental Materials**, vol. 27, p. 879-91, 2011.

DUARTE, M. A. H; OLIVEIRA, G. D.; VIVAN, R. R.; TANOMARU, J. M. G.; FILHO-TANOMARU, M.; MORAES, I. G. Radiopacity of portland cement associated with different radiopacifying agents. **Journal of Endodontics**, vol. 35, n. 5, p. 737- 740, 2009.

DURIF, A. **Crystal Chemistry of Condensed Phosphates**. Nova Iorque: Ed. Plenum Press, 1995.

ELDENIZ, A. U.; ERDEMIR, A.; KURTOGLU, F.; ESENER, T. Evaluation of pH and calcium ion release of Acroseal sealer in comparison with Apexit and Sealapex sealers. **Journal of Oral Surgery, Oral Medicine, Oral Pathology, Oral Radiology**, vol. 103, n. 3, p. 86-91, 2007.

ENDO, M. S.; SANTOS, A. C. L.; PAVAN, A. J.; QUEIROZ, A. F.; PAVAN, N. N. O. Endodontia em sessão única ou múltipla: revisão da literatura. **Revista da Faculdade de Odontologia**, vol. 20, n. 3, p. 408-413, 2015.

ESTRELA, C.; SYDNEY, G. B.; BAMMANN, L. L.; FELIPE-JUNIOR, O. Mechanism of action of Calcium and hidroxyl ions of Calcium hidroxide on tissue and bacteria. **Brazilian Dental Journal**, vol. 6, n. 2, p. 85- 90, 1995.

EVANS, M.; DAVIES, J. K.; SUNDQVIST, G.; FIGDOR, D. Mechanisms involved in the resistance of *Enterococcus faecalis* to calcium hydroxide. **International Endodontic Journal**, vol. 35, p. 221- 228, 2002.

FAVA, L. R. G.; SAUNDERS, W. P. Calcium hydroxide pastes: classification and clinical indications. **International Endodontic Journal**, vol. 32, p. 257- 282, 1999.

FLORES, D. S. H. **Avaliação das propriedades físico- químicas dos cimentos obturadores dos canais radiculares à base de ionômero de vidro e silicone**. 2009. 105 p. Tese (Doutorado)- Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto, Universidade de São Paulo, Ribeirão Preto, 2009.

FLORES, J. A.; POST, L. K.; COSTA, A. T.; WEBER, J. B. B.; OLIVEIRA, M. G. Estudo comparativo *in vitro* de quatro materiais odontológicos utilizados em retro-obturaç o apical. **Revista Cl nica de Pesquisa Odontol gica**, vol. 5, n. 1, p. 45-49, 2009.

FRANCO, A. P. **Caracteriza o estrutural e adsor o de  ons metlicos por carboximetilcelulose e quitosana *in natura* e impregnada com ze lita**. 2009. 186 p. Tese (Doutorado)- Programa de P s Gradua o em Qu mica, Departamento de Qu mica, Universidade Federal do Paran, Curitiba, 2009.

FROST, R. L.; XI, Y.; SCHOLZ, R.; L PEZ, A.; BELLOTI, F. M. Vibrational spectroscopic characterization of the phosphate mineral hureaulite – $(\text{Mn, Fe})_5(\text{PO}_4)_2(\text{HPO}_4)_2 \cdot 4(\text{H}_2\text{O})$. **Vibrational Spectroscopy**, vol. 66, p. 69-75, 2013.

GJORGIEVSKA, E. et al. Incorporation of antimicrobial agents can be used to enhance the antibacterial effect of endodontic sealers. **Dental Materials**, v. 29, n. 3, p. 29–34, 2013.

GNANAMOORTHY, K.; BALAKRISHNAN, M.; MARIAPPAN; PRAKASH. T.; KUMAR, E. R.; ESPINOZA-GONZLEZ, R.; BAKKIYARAJ, R. Surfactant-Liaised Variation in ZrO₂ Nanocomposites Morphology. **Journal of Advanced Physics**, vol. 4, p. 37- 40, 2015.

GOMES- FILHO, J. E; GOMES, A. C.; WATANABE, S.; OLIVEIRA, S. H. P.; BERNAB , P. F. E.; PERCINOTO, C. Evaluation of tissue reaction, cell viability and cytokine production induced by Sealapex Plus. **Journal of Applied Oral Science**, vol. 19, n. 4, p. 329- 336, 2010.

GOVINDARAJAN, D.; GOPALAKRISHNAN, R. Spectroscopic Studies on Indian Portland Cement Hydrated with Distilled Water and Sea Water. **Frontiers in Science**, vol. 1, n. 1, p. 21- 27, 2011.

GROSSMAN, L. I. An Improved Root Canal Cement. **The Journal of American Dental Association**, vol. 56, p. 381- 385, 1958.

GROSSMAN, L. I. Irrigation of root canals. **Journal American Dental Association**, vol. 30, n. 23, p. 1915-1917, 1943.

HACCHOU, Y.; UEMATSU, T.; UEDA, O.; USUI, Y.; UEMATSU, S.; TAKAHASHI, M.; UCHIHASHI, T.; KAWAZOE, Y.; SHIBA, T.; KURIHARA, S.; YAMAOKA, M.; FURUSAWA, K. Inorganic polyphosphate: a possible stimulant of a bone formation. **Journal of Dental Research**, vol. 86, n. 9, p. 893-897, 2007.

HENSTON, J. S. L.; NITIN, S.; SUBHASH, C.; SHAMSHER, S.; RAINA, S. Root Canal Sealers & its Role in Successful Endodontics- A Review. **Annals of Dental Research**, vol. 2, n. 2, p. 68- 78, 2012.

HERMANN, B.W. Calciumhydroxyd als mittel zum behandeln und Füllen von Wuzelkanälen. Dissertation. WÜRZBURG, 1920 apud CASTAGNOLA, L. **Conservación de la vitalidad de la pulpa en la operatoria dental**. Buenos Aires: Mundi, 1956.

HOLLAND, R.; NERY, M. J.; MELLO, W.; SOUZA, V.; BERNABÉ, P. F. E.; OTOBONI-FILHO, J. A. Root canal treatment with calcium hydroxide. **Oral Surgery**, vol. 47, n. 1, p. 93- 96, 1979.

HOLLAND, R.; SOUZA, V.; NERY, M. J.; BARNABÉ, P. F. E.; FILHO, J. A. O.; JUNIOR, E. D.; FILHO, J. E. G.; CINTRA, L. T. A.; ARAÚJO, G. S. **Apostila de Endodontia**. Disciplina de Endodontia- Faculdade de Odontologia de Araçatuba, Universidade Estadual Paulista, Araçatuba, 2015.

HOSIDA, T. Y. **Propriedades antimicrobianas, físico-mecânicas e de liberação de fluoreto do cimento de ionômero de vidro associado ao hexametáfosfato de sódio microparticulado e nanoparticulado**. 2015. 63 p. Dissertação (Mestrado)- Faculdade de Odontologia de Araçatuba, Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho, Araçatuba, 2015.

HOSIDA, T. Y.; DELBEM, A. C. B.; MORAIS, L. A.; MORAES, J. C. S.; DUQUE, C.; SOUZA, J. A. S.; PEDRINI, D. Ion release, antimicrobial and physio-mechanical properties of glass ionomer cement containing micro or nanosized hexametaphosphate and their effect on enamel demineralization. **Clinical Oral Investigations**, 2018.

JOST, K. H. Die Struktur des Natrium- hexametaphosphates $\text{Na}_6 (\text{P}_6\text{O}_{18}) \cdot 6\text{H}_2\text{O}$. **Acta Crystallographic**, vol. 19, p. 555- 560, 1965.

KERR, D. A.; FIELD, H. Sodium hexametaphosphate as na aid in the treatment of periodontal disease. **Journal of Dental Research**, vol. 23, n. 5, p. 313- 316, 1944.

KIRK, E. C. Sodium peroxid (Na_2O_2): a New Dental Bleaching Agent and Antiseptic. **Dental Cosmos**, vol. 35, n. 2, p. 192- 198, 1893.

KURA, G.; OHASHI, S.; KURA, S. Complex formation of cyclic phosphate anions with bivalent cations. **Journal Inorganic Nuclear Chemistry**, vol. 36, p. 1605- 1609, 1974.

LAI, C. C.; HUANG, F. M.; YANG, H. W.; CHAN, Y.; HUANG, M. S.; CHOU, M. Y.; CHANG, Y. C. Antimicrobial activity of four root canal sealers against endodontic pathogens. **Clinical Oral Investigations**, vol. 5, p. 236-239, 2001.

LEONARDO, M. R. **Endodontia: Tratamento de Canais Radiculares: Princípios Técnicos e Biológicos**. 1. ed. São Paulo: Ed. Artes Médicas, 2005.

LEONARDO, M. R.; SILVA, L. A. B.; TANOMARU-FILHO, M.; BONIFÁCIO, K. C.; ITO, I. Y. In Vitro Evaluation of Antimicrobial Activity of Sealers and Pastes Used in Endodontics. **Journal of Endodontics**, vol. 26, n. 7, p. 391-394, 2000.

LORENCOVÁ, E.; VLTAVSKÁ, P.; BUDINSKÝ, P.; KOUTNÝ, M. Antibacterial effect of phosphates and polyphosphates with different chain length. **Journal of Environmental Science and Health**, vol. 47, p. 2241- 2245, 2012.

LU, J.; SUN, M.; YUAN, Z.; QI, S.; TONG, Z.; LI, L. MENG, Q. Innovative insight for sodium hexametaphosphate interaction with serpentine. **Colloids and Surfaces A**, vol. 560, p. 35- 41, 2019.

MARCOS, J. F. L. Etiología, Clasificación y Patogenia de la Patología Pulpar y Periapical. **Med. Oral Patol. Oral Cir. Bucal**, vol. 9, p. 52- 62, 2004.

MARÍN-BAUZA, G. A.; SILVA-SOUZA, Y. T. C.; CUNHA, S. A.; RAHCED-JUNIOR, F. J. A.; BONETTI-FILHO, I.; SOUZA-NETO, M. D.; MIRANDA, C. E. S. Physicochemical properties of endodontics sealers of different bases. **Journal of Applied Oral Science**, vol. 20, n. 4, p. 455- 461, 2012.

MARZOUK, M. A.; ELBATAL, F. H.; ELBADRY, K. M.; ELBATAL, H. A. Optical, structural and thermal properties of sodium metaphosphate glasses containing Bi₂O₃with interactions of gamma rays. **Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy**, vol. 171, p. 454-460, 2017.

MASTRANTONIO, G.; BATTAIOTO, L.; JONES, C.; COUSTET, M.; CHANDI, H.; YAMUL, D. K. Chemical conversion of paper industry effluents into carboxymethylcellulose. **Process Safety and Environmental Protection**, vol. 94, p. 315-321, 2015.

McHUGH, C. P.; ZHANG, P.; MICHALEK, S.; ELEAZER, P. D. pH required to kill *Enterococcus faecalis* in vitro. **Journal of Endodontics**, vol. 30, n. 4, p. 218- 219, 2004.

MIYAGAK, D. C.; CARVALHO, E. M. O. F.; ROBAZZA, C. R. C.; CHAVASCO, J. K.; LEVORATO, G. L. *In vitro* evaluation of the antimicrobial activity of endodontic sealers. **Brazilian Oral Research**, vol. 20, n. 4, p. 303-306, 2006.

MORGENTAL, R. D.; VIER-PELISSER, F. V.; OLIVEIRA, S. D.; ANTUNES, F. C.; COGO, D. M.; KOPPER, P. M. P. Antibacterial activity of two MTA- based root canal sealers. **International Endodontic Journal**, vol. 44, p. 1128-1133, 2011.

NEVES, J. G.; DANELON, M.; PESSAN, J. P.; FIGUEIREDO, L. R.; CAMARGO, E. R.; DELBEM, A. C. B. Surface free energy of enamel treated with sodium hexametaphosphate, calcium and phosphate. **Archives of Oral Biology**, vol. 90, p. 108- 112, 2018.

NYGAARD -ØSTBY. B. Chelation in root canal therapy. Ethylenediamine tetra-acetic acid for cleansing an widening of root canais. **Odontol Tidskrift**, vol. 65, n. 2, p. 3- 5, 1957.

PAIVA, J. G.: Irrigação e aspiração em Endodontia. **Revista Gaúcha de Odontologia**, vol. 7, n. 4, p. 162, 1959.

PHILIP, N.; SUNEJA, B.; ISAAC, R. M. Calcium Hydroxide in Dentistry: A Review of Literature. **Journal of Odontological Research**, vol. 1, n. 1, p. 45- 55, 2013.

POGGIO, C.; TROVATI, F.; CECI, M.; COLOMBO, M.; PIETROCOLA, G. Antibacterial activity of different root canal sealers against *Enterococcus faecalis*. **Journal of Clinical and Experimental Dentistry**, vol. 9, n. 6, p. 743-748, 2017.

POST, F. J.; COBLENTZ, W. S.; CHOU, T. W.; SALUNKHE, D. K. Influence of phosphate compounds on certain fungi and their preservative effects on fresh cherry fruit (*Prunus cerasus*, L). **Applied Microbiology**, vol. 16, n. 1, 1968.

PRAKASH, A. Polyphosphates. In: NAIDU, A. S. **Natural Food Antimicrobial Systems**. Washington: CRC Press, Cap. 27, 2000.

QUEIROZ, A. M.; NELSON-FILHO, P.; SILVA, L. A. B.; ASSED, A.; SILVA, R. A. B.; ITO, I. Y. Antibacterial activity of root canal filling materials for primary teeth: zinc oxide and eugenol cement, calen paste thickened with zinc oxide, sealapex and endorez. **Brazilian Dental Journal**, vol. 20, n. 4, p. 290-296, 2009.

RAMACHANDRA, P. K. M.; KRISHNEGOWDA, S. C.; JAGANATH, B. M.; RUDRANAİK, S.; MANJULA, C. G.; KURUP, N. B.; MADANAN, S. In vitro Comparative Evaluation of the Antibacterial and Antifungal Activities of Different Root Canal Sealers against Endodontic Pathogens. **International Journal of Preventive and Clinical Dental Research**, vol. 3, n. 4, p. 261-266, 2016.

SAGSEN, B.; ER, O.; KAHRAMAN, Y.; ORUCOGLU, H. Evaluation of Microleakage of Roots Filled With Different Techniques With a Computerized Fluid Filtration Technique. **Journal of Endodontics**, vol. 32, n. 12, p. 1168- 1170, 2006.

SANTOS, A. D. **Estudo de propriedades físicas e químicas de um novo cimento selador endodôntico**. 2004. 69 p. Dissertação (Mestrado)- Departamento de Física e Química- Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho, Ilha Solteira, 2004.

SANTOS, A. D. **Estudo de propriedades físico- químicas de um novo cimento obturador endodôntico**. 2009. 137 p. Tese (Doutorado)- Departamento de Física e Química- Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho, Ilha Solteira, 2009.

SANTOS, A. D.; MORAES, J. C. S.; ARAÚJO, E. B.; YUKIMITO, K.; VALÉRIO- FILHO, W. V. Physico- chemical properties of MTA and a novel experimental cement. **Inernational Endodontic Journal**, vol. 38, p. 443-447, 2005.

SHIBATA, H.; MORIOKA, T. Antibacterial action of condensed phosphates on the bacterium *Streptococcus mutans* and experimental caries in the hamster. **Archives of Oral Biology**, vol. 27, p. 809- 816, 1982.

SILVA, E. J. N. L., ROSA, T. P.; HERRERA, D. R.; JACINTO, R. C.; GOMES, B. P. F. A.; ZAIA, A. A. Evaluation of Cytotoxicity and Physicochemical Properties of Calcium Silicate-based Endodontic Sealer MTA Fillapex. **Journal of Endodontics**, vol. 39, n. 2, p. 274- 277, 2013.

SILVA, M. A. M. **Propriedades físico-químicas e biológicas de cimento experimental à base de Portland associado a diferentes radiopacificadores**. 2014. 171 p. Tese (Doutorado)- Faculdade de Odontologia de Bauru, Pós Graduação em Ciências Odontológicas Aplicadas, Universidade de São Paulo, Bauru, 2014.

SIPERT, C. R.; HUSSNE, R. P.; NISHIYAMA, C. K.; TORRES, S. A. In vitro antimicrobial activity of fill canal, sealapex, mineral trioxide aggregate, Portland cement and endorez. **International Endodontic Journal**, vol. 38, p. 539-543, 2005.

SIQUEIRA, J. F.; GONÇALVEZ, R. B. Antibacterial activities of root canal sealers against selected anaerobic bacteria. **Journal of Endodontics**, vol. 22, n. 2, p. 79-80, 1996.

SLUTZKY, H.; SLUTZKY- GOLDBERG, I.; WEISS, E. I.; MATALON, S. Antibacterial properties of temporary filling materials. **Journal of Endodontics**, vol. 32, n. 3, p. 214- 217, 2006.

SOARES, I. J.; GOLDBERG, F. **Endodontia: Técnica e Fundamentos**. 2. ed. Porto Alegre: Ed. Artmed, 2011.

SOUSA, C. J. A.; MONTES, C. R. M.; PASCON, E. A.; LOYOLA, A. M.; VERSIANI, M. A. Comparison of the intraosseous biocompatibility of AH Plus, EndoREZ, and Epiphany root canal sealers. **Journal of Endodontics**, vol. 32, n. 7, p. 656-662, 2006.

STUART, C. H.; SCHWARTZ, S. A.; BEESON, T. J.; OWATZ, C. B. *Enterococcus faecalis*: Its role in root canal treatment failure and current concepts in retreatment. **Journal of Endodontics**, vol. 32, n. 2, p. 93- 98, 2006.

SU, Y.; CUI, H.; LI, Q.; GAO, S.; SHANG, J. K. Strong adsorption of phosphate by amorphous zirconium oxide nanoparticles. **Water Research**, vol. 47, p. 5018- 5026, 2013.

TAHERI, M.; MALEKNIA, L.; GHAMSARI, N. A.; ALMASIAN, A.; CHIZARIFARD, G. H. Effect of Zirconium Dioxide Nanoparticles as A Mordant on Properties of Wool with Thyme: Dyeing, Flammability and Antibacterial. **Oriental Journal of Chemistry**, vol. 31, n. 1, p. 85 -96, 2015.

TAYLOR, M. A.; HUNE, W. R.; HEITHERSAY, G. S.; Some effects of Ledermix® paste and Pulpdent® paste on mouse fibroblasts and bacteria *in vitro*. **Endodontics and Dental Traumatology**, vol. 5, p. 266- 273, 1989.

TEIXEIRA, J. F. R. N. **Revisão sobre os cimentos de obturação utilizados em Endodontia**. 2014. 63 p. Dissertação (Mestrado)- Universidade Fernando Pessoa, Porto, 2014.

THILO, E.; SCHULKE, U. Preparation of True Sodium Hexametaphosphate $\text{Na}_6[\text{P}_6\text{O}_{18}]$. **Angew. Chem. Internat. Edit**, vol. 2, n. 12, p. 742, 1963.

TREZZA, M. A. Hydration Study of Ordinary Portland Cement in the Presence of Zinc Ions. **Materials Research**, vol. 10, n. 4, p. 331- 334, 2007.

VALE, T. M. **Avaliação do tempo de presa, alteração dimensional e solubilidade diferentes cimentos endodônticos**. 2014. 70 p. Dissertação (Mestrado)- Faculdade de Ciências da Saúde, Universidade de Brasília, 2014.

WAGHMARE, M. A.; PAWAR, K. S.; PATHAN, H. M.; UBALE, A. U. Influence of annealing temperature on the structural and optical properties of nanocrystalline zirconium oxide. **Materials Science in Semiconductor Processing**, vol. 72, p. 122- 127, 2017.

WALTIMO, T. M. T.; SIRÉN, E. K.; ORSTAVIK, D.; HAAPASALO, M. P. P. Susceptibility of oral *Candida* species to calcium hydroxide *in vitro*. **International Endodontic Journal**, vol. 32, p. 94- 98, 1999.

WAYMAN, B. R.; JOPP, W. W.; PINERO, C. J.; LAZZARI, E. P. Citric and lactic acids as root canal irrigants *in vitro*. **Journal of Endodontics**, vol. 5, n. 9, p. 258- 265, 1979.

YLMÉN, R.; JÄGLID, U.; STEENARI, B. M.; PANAS, I. Early hydration and setting of Portland cement monitored by IR, SEM and Vicat techniques. **Cement and Concrete Research**, vol. 39, p. 433- 439, 2009.

ZENÓBIO, M.A.F. **Caracterização do esmalte e dentina humana e de biomateriais a base de fosfato de cálcio para estudos radiológicos**. 2012. 116 p. Tese (doutorado). Departamento de Engenharia Nuclear - Escola de Engenharia da Universidade Federal de Minas Gerais, 2012.

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