

RESSALVA

Atendendo solicitação do(a) autor(a), o texto completo desta dissertação será disponibilizado somente a partir de 28/03/2018.



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



FERNANDA FERRARI ESTEVES TORRES

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

Araraquara

2016



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



FERNANDA FERRARI ESTEVES TORRES

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

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

Orientador: Prof. Dr. Mário Tanomaru Filho
Co-orientadora: Prof^ª. Dr^ª. Roberta Bosso Martelo

Araraquara

2016

Torres, Fernanda Ferrari Esteves

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

79 f. ; 30 cm.

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

Orientador: Prof. Dr. Mário Tanomaru Filho

Co-orientador: Prof^ª. Dr^ª. Roberta Bosso Martelo

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

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

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

FERNANDA FERRARI ESTEVES TORRES

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

Dissertação para obtenção do grau de Mestre.

Comissão julgadora

Presidente e orientador: Prof. Dr. Mário Tanomaru Filho

2º Examinador: Prof. Dr. Idomeo Bonetti Filho

3º Examinador: Prof.^a Dr.^a Yara Teresinha Corrêa Silva Sousa

Araraquara, 28 de março de 2016.

DADOS CURRICULARES

FERNANDA FERRARI ESTEVES TORRES

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

DEDICATÓRIA

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

AGRADECIMENTOS

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

Lisboa: Ática. 1982. 85p.

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

RESUMO

Materiais endodônticos devem apresentar propriedades físico-químicas segundo ISO e ADA. Novas metodologias empregando Microtomografia Computadorizada (Micro-CT) podem ser utilizadas. Este estudo foi dividido em quatro capítulos: **Capítulo 1:** avaliou MTA Angelus (MTA), Biodentine (BIO) e óxido de zinco e eugenol (OZE) utilizando testes convencionais e com Micro-CT. Solubilidade e alteração dimensional basearam-se em Carvalho-Junior et al. (2007). Capacidade de preenchimento e alteração volumétrica foram avaliadas por Micro-CT. Foram realizados os testes ANOVA e Tukey com 5% de significância. BIO e MTA apresentaram maior estabilidade dimensional. OZE e BIO mostraram maior capacidade de preenchimento. Aos 7 dias a solubilidade foi maior para BIO e a alteração volumétrica foi semelhante para os materiais. Aos 30 dias, a solubilidade foi semelhante para os materiais, porém a alteração volumétrica foi maior para BIO que MTA. BIO apresenta capacidade de preenchimento, porém maior alteração volumétrica. Micro-CT pode complementar testes convencionais. **Capítulo 2:** Nova técnica para avaliação do escoamento foi proposta com Micro-CT. MTA, OZE e BIO foram avaliados segundo ISO 6876/2002 e pela técnica proposta. Placa de vidro com cavidade central e 4 canaletas foi confeccionada. Cada material foi colocado sobre a cavidade central e nova placa de vidro posicionada. O conjunto foi escaneado por meio de Micro-CT. O escoamento foi calculado pela mensuração linear (mm) em cada canaleta. O preenchimento volumétrico central (PVC) em mm³ foi calculado na cavidade central e o preenchimento volumétrico lateral (PVL) pela média do preenchimento nas canaletas laterais até 2 mm. Os resultados foram submetidos à ANOVA e Tukey, com nível de 5%. OZE foi o material com maior escoamento pela metodologia ISO. Em Micro-CT MTA e OZE apresentaram maior escoamento linear. PVC foi similar para os materiais. Porém, PVL foi maior para Biodentine em relação ao OZE. Conclui-se que MTA e OZE apresentam melhor escoamento linear, MTA e Biodentine melhor preenchimento volumétrico. Micro-CT pode complementar testes convencionais. **Capítulo 3:** Avaliou solubilidade, Fluid uptake e porosidade de MTA, BIO e OZE. A solubilidade foi avaliada baseada em Carvalho-Junior et al. (2007). A porosidade foi avaliada por microscópio e Micro-CT. Foram realizados ANOVA e Tukey, com 5% de significância. Após 7 dias BIO foi o material mais solúvel, enquanto após 30 dias os materiais foram semelhantes. Em microscopia, a porosidade foi maior para MTA e semelhante para BIO e OZE. Em Micro-CT, a porosidade total foi maior para MTA. MTA e BIO mostraram valores semelhantes, maiores que OZE. Maiores valores de fluid uptake foram observados para MTA. A absorção foi semelhante entre os materiais e a solubilidade e porosidade foram maiores para MTA. Conclui-se que MTA apresenta maior porosidade total pela microscopia, Fluid-uptake e Micro-CT no período inicial e os testes utilizados são complementares. **Capítulo 4:** Avaliou alteração dimensional, solubilidade, porosidade e alteração volumétrica de AHPlus, MTA Fillapex e Endofill. Alteração dimensional e solubilidade foram avaliadas segundo Carvalho-Junior et al. (2007). Porosidade e alteração volumétrica utilizaram Micro-CT. Foram realizados os testes ANOVA e Tukey, com nível de 5%. Solubilidade, alteração dimensional, alteração volumétrica e porosidade foram maiores para MTA Fillapex. Micro-CT é uma ferramenta importante para complementar a aperfeiçoar testes convencionais.

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

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

ABSTRACT

Endodontic materials have to present physicochemical properties according to ISO and ADA. New methodologies using microcomputed tomography (Micro-CT) can be used. This study was divided into four chapters: **Chapter 1:** evaluated MTA Angelus (MTA), Biodentine (BIO) and zinc oxide and eugenol (ZOE) using conventional and Micro-CT tests. Solubility and dimensional stability based on Carvalho-Junior et al. (2007). Filling ability and volumetric change were evaluated by Micro-CT. ANOVA and Tukey test with 5% significance were performed. BIO and MTA had greater dimensional stability. ZOE and BIO showed greater filling ability. At 7 days solubility was greater for BIO and volumetric change was similar for materials. At 30 days, the solubility was similar to the materials, but the volumetric change was greater for BIO than MTA. BIO presents filling ability, but higher volumetric change. Micro-CT can complement conventional tests. **Chapter 2:** New technique to assess the flow was proposed using Micro-CT. MTA, ZOE and BIO were evaluated according to ISO 6876/2002 and the proposal method. A glass device with a central cavity and four grooves was made. Each material was placed over the central cavity and a new glass device was positioned. The set was scanned by Micro-CT. The flow was calculated by linear measurement (mm) on each groove. The central volumetric filling (CVF) in mm³ was calculated in the central cavity and the lateral volumetric filling (LVF) was measured by the average filling in the side grooves up to 2 mm. The results were submitted to ANOVA and Tukey, with 5% level. ZOE was the material with higher flow by ISO methodology. Using Micro-CT, MTA and ZOE showed higher linear flow. CVF was similar to materials. However, LVF was higher to Biodentine than ZOE. It is concluded that MTA and ZOE have better linear flow, MTA and Biodentine better volumetric filling. Micro-CT can complement conventional tests. **Chapter 3:** Evaluated solubility, Fluid uptake and porosity of MTA, BIO and ZOE. The solubility was evaluated based on Carvalho-Junior et al. (2007). Porosity was evaluated by microscope and Micro-CT. ANOVA and Tukey were performed, with 5% significance. After 7 days BIO was the most soluble material, while after 30 days the materials were similar. In microscopy, the porosity was higher for MTA and similar to BIO and ZOE. In Micro-CT, total porosity was higher for MTA. MTA and BIO showed similar values greater than ZOE. Higher fluid uptake values were observed for MTA. The absorption was similar between the materials and the porosity and solubility was greater for MTA. In conclusion, MTA has a higher porosity by microscopy, Fluid-uptake and Micro-CT in the initial period and the used tests are complementary. **Chapter 4:** Evaluated dimensional stability, solubility, porosity and volumetric change of AHPlus, MTA Fillapex and Endofill. Dimensional stability and solubility were evaluated according to Carvalho-Junior et al. (2007). Porosity and volumetric change used Micro-CT. The ANOVA and Tukey tests were conducted with the 5% level. Solubility, dimensional change, volume change and porosity were higher for MTA Fillapex. Micro-CT is an important tool to complement and improve conventional tests.

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

SUMÁRIO

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

1 INTRODUÇÃO

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

AH Plus® (Dentsply, DeTrey GmbH, Konstanz, Alemanha) é um cimento à base de resina epóxica que tem sido usado como padrão ouro para comparações com cimentos endodônticos (Garrido et al.²⁰, 2010). Análises segundo métodos ISO 6876²³/ADA¹ demonstram que AH Plus apresenta baixa solubilidade (Amoroso-Silva et al.², 2014; Cañadas et al.¹⁰, 2014; Borges et al.⁸, 2014; Viapiana et al.⁵⁰, 2014; Barros et al.⁶, 2014; Sonntag et al.⁴³, 2015; Schäfer et al.⁴¹, 2015; Arias-Moliz et al.⁴, 2015) e alteração dimensional (Marin-Bauza et al.³¹, 2010; Zhou et al.⁵⁴, 2013; Barros et al.⁶, 2014), adequado tempo de presa (Amoroso-Silva et al.², 2014; Arias-Moliz et al.⁴, 2015; Sonntag et al.⁴³, 2015; Schäfer et al.⁴¹, 2015), bom escoamento (Amoroso-Silva et al.², 2014; Barros et al.⁶, 2014; Viapiana et al.⁵⁰, 2014; Sonntag et al.⁴³, 2015; Arias-Moliz et al.⁴, 2015) e ótima radiopacidade (Borges et al.⁸, 2014; Cañadas et al.¹⁰, 2014; Viapiana et al.⁵⁰, 2014; Schäfer et al.⁴¹, 2015).

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

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

O Mineral Trióxido Agregado (MTA) é considerado um material ideal para selamento de perfurações, obturação retrógrada, além de outras indicações, como capeamento pulpar e apicificação, por apresentar excelente propriedade biológica e satisfatória propriedade físico-química (Tsurumachi⁴⁹, 2013; Massi et al.³², 2011; Nekoofar et al.³⁵, 2011). MTA é um biomaterial à base de silicato de cálcio desenvolvido por Torabinejad et al.⁴⁷ (1993) para o tratamento de perfurações radiculares e como material retrobturador (Tsurumachi⁴⁹, 2013; Massi et al.³², 2011; Nekoofar et al.³⁵, 2011; Santos et al.⁴⁰, 2005; Jacobovitz et al.²⁴, 2009) que apresenta biocompatibilidade e capacidade de induzir a formação de tecido mineralizado (Tanomaru et al.⁴⁵, 2008, Tanomaru-Filho et al.⁴⁶, 2006).

Biodentine (Septodont, Saint Maur des Fossés, France) é um biomaterial à base de silicato de cálcio com propriedades mecânicas semelhantes à dentina, que pode ser utilizado como um substituto da dentina, e que apresenta indicações similares ao MTA (Laurent et al.^{28,29}, 2008, 2012; Zanini et al.⁵³, 2012; Raskin et al.³⁸, 2012; Tran et al.⁴⁸, 2012; Koubi et al.^{26,27}, 2012, 2013). Biodentine consiste de um pó e um líquido. O pó contém principalmente silicato tricálcico e dicálcico (3CaO SiO_2 e 2CaO SiO_2), o principal componente do cimento Portland, bem como carbonato de cálcio (CaCO_3), apresenta também dióxido de zircônio (ZrO_2), que serve como radiopacificador. O líquido é constituído por cloreto de cálcio ($\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), que é utilizado como um acelerador de presa e agente redutor de água, em solução aquosa com uma mistura de policarboxilato (um agente superplastificante) (Laurent et al.²⁹, 2012; Tran et al.⁴⁸, 2012).

Prati e Gandolfi³⁷ (2015) examinaram o progresso da pesquisa e da investigação sobre cimentos de silicato de cálcio e observaram que tais cimentos apresentam propriedades tais como capacidade de presa e selamento em ambientes úmidos e contaminados com sangue, biocompatibilidade, além de propriedades mecânicas adequadas. A respeito da expansão e capacidade de selamento, os cimentos de silicato de cálcio expandem de 0,2 a 6% do volume inicial, o que contribui para a capacidade de selamento e retenção do material nas paredes do canal (Gandolfi et al.¹⁸, 2009) e a solubilidade dos mesmos varia aproximadamente de 12 a 38% (Gandolfi et al.¹⁹, 2015).

Os materiais endodônticos obturadores e retrobturadores devem apresentar propriedades físico-químicas e biológicas adequadas. Normas e testes padronizados de avaliação são definidos pela American Institute / American Dental Association (ADA¹, 2000) e International Organization for Standardization 6876 (ISO²³, 2002) que estabelecem

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

A porosidade e defeitos micro estruturais de um material podem reduzir a dureza e resistência à tração do material em questão. Esta combinação pode resultar em falhas por meio da formação e subsequente propagação de microfissuras no interior dos materiais (Dieter¹⁵, 1988). A formação ou não de microfissuras é importante para o fracasso ou sucesso do material obturador ou retrobturador. A porosidade dos materiais endodônticos pode ser avaliada por meio de um porosímetro de intrusão de mercúrio de alta pressão (Antonijevic et al.³, 2013), pelo teste de imersão (princípio de Arquimedes, norma ASTM C830), onde as amostras são inicialmente pesadas em condições secas (Wd), molhada após uma hora de imersão em água (Wh) e imersa em água (Wi) e a porosidade aparente da amostra é calculada a partir da massa de água retida nos seus poros abertos, de acordo com a seguinte fórmula: porosidade aparente (%) = $[(Wh - Wd) / (Wi - Wd)] \times 100$ (Barros et al.⁶, 2014) ou por meio de microscopia óptica de luz (Camilleri, Mallia⁹, 2011).

A capacidade de escoamento dos materiais endodônticos é importante para o preenchimento das áreas irregulares de um espaço como o canal radicular ou cavidade retrógrada (Zicari et al.⁵⁵, 2008; Duarte et al.¹⁶, 2010). O teste de avaliação determinado pela ISO 6876 (ISO²³, 2002) é realizado por meio da colocação de $0,05 \pm 0,005$ ml do material no centro de uma placa de vidro. Após 180 ± 5 s deve-se colocar uma segunda placa de vidro, seguido por um peso proporcionando massa total na placa de 120 ± 2 g. Dez minutos após o início da mistura os diâmetros máximo e mínimo do disco de cimento formado é mensurado. Se a diferença de diâmetros for menor que 1 mm, a média dos diâmetros é anotada. Esta estabelece que cimentos endodônticos devem apresentar diâmetro superior a 20 mm de escoamento.

A solubilidade dos cimentos obturadores é uma propriedade importante uma vez que a dissolução do material pode permitir infiltração, comprometendo o sucesso do tratamento (Cavenago et al.,¹³ 2014). De acordo com os padrões estabelecidos pela ISO 6876 (ISO²³,2002) ou ANSI/ADA nº 57 (ADA¹, 2000), são utilizados corpos de prova com diâmetro interno de 20 ± 1 mm e altura de $1,5 \pm 0,1$ mm e os cimentos devem apresentar valores inferiores a 3% de solubilidade após o período de 24 horas.

A estabilidade dimensional é também uma propriedade físico-química essencial para os materiais endodônticos, visto que a contração pode causar falhas proporcionando infiltração de microrganismos e seus produtos tóxicos, comprometendo o selamento endodôntico (Williamson et al.⁵², 2005). Segundo especificações da ANSI/ADA nº57 (ADA¹, 2000) e ISO 6876 (ISO²³, 2002), a alteração dimensional não deve exceder 1,0% em contração ou 0,1% em expansão. O teste utiliza corpos de prova com 12 mm de altura e 6 mm de diâmetro, preenchidos com 2 g de cimento posicionados sobre uma placa de e a parte superior do corpo de prova pressionada com outra placa de vidro. O conjunto é mantido em posição e após 5 minutos transferido para um ambiente com umidade relativa superior a 95% e temperatura de 37°C, por um período 3 vezes maior que o tempo de presa do material. A seguir, os corpos de prova são submetidos a acabamento e polimento e cada corpo de prova é mensurado e posteriormente acondicionado em frascos com água destilada por 30 dias. Após este período de tempo, as amostras são removidas dos recipientes, secas em papel absorvente e novamente medidas.

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

Além disso, novas metodologias como a microtomografia computadorizada podem ser usadas para análise de propriedades físico-químicas de cimentos endodônticos e materiais retrobturadores, dentre elas a alteração dimensional. A microtomografia computadorizada (Micro-CT) foi desenvolvida na década de 80 e tem sido utilizada em pesquisas na área da odontologia (Swain, Xue⁴⁴, 2009). Na Endodontia, Nielsen et al.³⁶ (1995) e Rhodes et al.³⁹ (1999) demonstraram o potencial do Micro-CT como ferramenta para estudos in vitro. Eles concluíram que a microtomografia computadorizada é uma técnica reproduzível e não invasiva, pois utiliza o espécime íntegro, apresentando-se como uma ferramenta inovadora para avaliar o sistema de canais radiculares em forma tridimensional (imagem 3D), de forma qualitativa ou quantitativa. A morfologia e preparo do canal radicular também podem ser avaliadas por meio de micro-CT (Swain, Xue⁴⁴, 2009) assim como a qualidade da obturação

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

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

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

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

7 CONCLUSÃO

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

REFERÊNCIAS*

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

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

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

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

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

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