



UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA
"Júlio de Mesquita Filho"

CÂMPUS DE ARAÇATUBA – FACULDADE DE ODONTOLOGIA

JÉSSICA CORDEIRO ALVES GUIMARÃES

ESTUDO DAS PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS DE CIMENTOS EXPERIMENTAIS

Araçatuba-SP

2017

JÉSSICA CORDEIRO ALVES GUIMARÃES

**ESTUDO DAS PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS DE
CIMENTOS EXPERIMENTAIS**

Trabalho de Conclusão de Curso como parte dos requisitos para a
obtenção do título de Bacharel em Odontologia da Faculdade de
Odontologia de Araçatuba, Universidade Estadual Paulista “Júlio
de Mesquita Filho”.

Orientador: Prof. Dr. Luciano Tavares Angelo Cintra

Araçatuba-SP

2017

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho à minha mãe, Marta Maria Cordeiro Alves, que depositou sua confiança em mim, e me deu a oportunidade de concretizar e encerrar mais uma etapa da minha vida. Você me proporcionou, além de muita instrução e carinho, os conhecimentos da integridade, da perseverança e de procurar sempre em Deus a força maior para enfrentar os desafios da vida. Por essa razão, gostaria de dedicar e reconhecer à você, minha imensa gratidão.

“Sem sonhos, a vida não tem brilho. Sem metas, os sonhos não tem alicerces.
Sem prioridades, os sonhos não se tornam reais.”

Augusto Cury

AGRADECIMENTOS

À Deus, por me possibilitar e me fortalecer, durante minha jornada, e nos momentos de incertezas e dúvidas se fez refúgio e me trouxe a calma.

À minha guerreira, meu molde, minha fiel amiga, conselheira, mulher mais grandiosa que já conheci, minha mãe. Ela que por vezes, desistiu dos seus sonhos para que o meu, e do meu irmão se tornassem realidade, que abriu mão do seu bem estar pra nos dar o conforto, que nunca hesitou em nos guiar da forma mais brilhante e amorosa existente, a responsável por estar aqui onde estou, eternamente grata à senhora, minha mãe.

Ao meu companheiro, Robson, que desde o princípio, até o fim do meu curso, está ao meu lado, partilhando de momentos de comemoração, ou de desafios, minha profunda gratidão.

À minha amiga, e irmã Juliana, que tive a sorte de conhecer e dividir apartamento, obrigada por todos esses anos, e pelo aprendizado que você me trouxe através da convivência diária.

Às minhas amigas, Amanda, Anna Clara, Danielle, Maria, pelo suporte e momentos eternamente memoráveis, por terem entrado em minha vida, e terem se tornado pra mim, uma família.

Aos meus amigos, Murilo Oliveira, Murilo Cestari, Pedro Henrique Chaves, e Leonardo Raniel, por terem tornado esses anos tão mais fáceis, descontraídos, e memoráveis.

Agradeço, as minhas companheiras de apartamento Ana Carla e Ariane, por terem também me proporcionado o prazer de convivência e aprendizado.

À turma 59, que estará pra sempre em minha memória.

Aos amigos que Araçatuba me proporcionou e que tive o prazer de conviver.

Aos meus tios, Elmes e Cheila, que desde meu nascimento se fizeram segundos pais, que nunca deixaram de acreditar e doar seus calorosos sentimentos de afeto, à mim e meu irmão, e pelo suporte por todos esses anos, sempre estiveram ao meu lado.

Meu irmão, meu amigo, obrigada por fazer parte da minha vivência. Assim como toda minha família.

Ao tio Marcio, e Marta, por terem me lembrado o aconchego de casa abrindo suas portas para mim, e pelo apoio de sempre, assim como a tia Silvana.

Ao meu orientador, Prof. Dr. Luciano Tavares Angelo Cintra, que para mim sempre foi um ícone de perseverança e comprometimento com sua docência, agradeço a oportunidade de trabalho que à mim conferiu, e aos ensinamentos.

À Mariane Azuma, que possibilitou que meu trabalho fosse realizado e de uma maneira muito enriquecedora para mim, que além de me orientar, se tornou uma amiga.

À Prof^a. Dra. Adriana Zavanelli por todas as oportunidades de aprendizado que me garantiu, e por sua figura exemplar, humana e excelente profissional.

À Prof^a Dra. Leda, pelo o auxílio no teste de radiopacidade.

Aos professores e funcionários e alunos do Departamento de Endodontia da FOAUNESP, por toda atenção e apoio.

À FAPESP, pelo apoio financeiro ao projeto.

GUIMARÃES, J.C.A. **Estudo das propriedades físico-químicas de cimentos experimentais**. 2017. 34 f. Faculdade de Odontologia, Universidade Estadual Paulista, Araçatuba, 2017.

RESUMO

Um dos objetivos da endodontia é desenvolver cimentos que sejam biocompatíveis e que tenham ótimas propriedades físico-químicas, visto que os mesmos ficarão em íntimo contato com os tecidos periapicais e terão como função promover o melhor selamento possível do sistema de canais radiculares. Neste contexto, os cimentos SealAta e SealAta Plus estão sendo propostos para serem utilizados para a obturação convencional e para a obturação retrógrada, respectivamente. Assim, o objetivo do presente estudo foi avaliar o escoamento, radiopacidade, pH e liberação de íons cálcio dos cimentos endodônticos SealAta e SealAta Plus, comparativamente aos cimentos Sealapex® e Pro-Root MTA®. Para cada análise, foram utilizados 6 espécimes de cada grupo (n=6). Para o teste de radiopacidade, foram utilizadas matrizes de alumínio preenchidas com cimento que foram, posteriormente, radiografadas. O teste de escoamento foi realizado de acordo com as normas ISO 6876/2001. Para os testes de pH e liberação de íons cálcio, matrizes metálicas contendo cimento foram imersos em água ultrapura. Depois de 3, 24, 72, 168 e 240 horas o líquido foi analisado por meio de um medidor de pH e por um espectrofotômetro de absorção atômica. Os resultados foram submetidos a análise estatística pelo teste ANOVA e, para comparação entre os grupos, foi utilizado o teste de Tukey, com nível de significância de 5% ($p < 0,05$). Em relação a radiopacidade, todos os grupos atenderam às exigências da norma ISO. Além disso, o Seal Ata Plus foi o que apresentou maior radiopacidade, seguido pelo Seal Ata, Sealapex e ProRoot MTA®, respectivamente. Em relação ao teste de escoamento, o Sealapex® foi o que apresentou maior valor, seguido pelo SealAta, SealAta Plus e ProRoot MTA®, respectivamente. Por sua vez, o ProRoot MTA® foi o que apresentou maior pH, seguido pelo SealAta Plus, SealAta e Sealapex®, respectivamente.

Além disso, o ProRoot MTA® foi o cimento que mais liberou íons cálcio, seguido pelo SealAta Plus, SealAta e Sealapex®, respectivamente. Pode-se concluir que os cimentos SealAta e SealAta plus apresentaram resultados satisfatórios em relação a radiopacidade, escoamento, pH e liberação de íons cálcio.

Palavras-chave: Endodontia, obturação, cimentos endodônticos.

GUIMARÃES, J.C.A. **Study of the physico-chemical properties of experimental sealers**. 2017. 34 p. Faculdade de Odontologia, Universidade Estadual Paulista, Araçatuba, 2017.

ABSTRACT

One of the goals of endodontics is to develop sealers that are biocompatible and have excellent physico-chemical properties, since they will be in close contact with the periapical tissues and should promote the best possible sealing of the root canal system. In this context, SealAta and SealAta Plus cements are being proposed to be used for conventional filling and for retrograde filling, respectively. Thus, the objective of the present study was to evaluate the flow, radiopacity, pH and calcium ion release of SealAta and SealAta Plus endodontic cements, compared to Sealapex® and Pro-Root MTA® cements. For each analysis, 6 specimens of each group were used (n = 6). For the radiopacity test, sealer-filled matrices were used, which were then radiographed. The flow test was carried out in accordance with ISO 6876/2001. For the pH and calcium ion release tests, polyethylene tubes containing sealer were immersed in ultrapure water. After 3, 24, 72, 168 and 240 hours the liquid was analyzed by means of a pH meter and by an atomic absorption spectrophotometer. The results were submitted to statistical analysis by the ANOVA test and, for comparison between the groups, the Tukey test was used, with a significance level of 5% ($p < 0.05$). Regarding radiopacity, all groups met the requirements of the ISO standard. In addition, Seal Ata Plus showed the highest radiopacity, followed by Seal Ata, Sealapex and ProRoot MTA®, respectively. In relation to the flow test, Sealapex® presented the highest value, followed by SealAta, SealAta Plus and ProRoot MTA®, respectively. In turn, ProRoot MTA® was the one with the highest pH, followed by SealAta Plus, SealAta and Sealapex®, respectively. In addition, ProRoot MTA® was the cement that released the most calcium ions, followed by SealAta Plus, SealAta and Sealapex®, respectively. It can be concluded that the SealAta and SealAta plus cements presented satisfactory results in relation to radiopacity, flow, pH and calcium ion release.

Key words: Endodontics, obturation, endodontic sealers.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Páginas

Figura 1. Matrizes com os cimentos preparados e após tempo de presa.....	15
--	----

Figura 2. Corpos de prova e escada de alumínio preparados para serem radiografados (A); Equipamento utilizado para processamento e digitalização das imagens radiográficas (B).....	16
---	----

Figura 3. Imagens radiográficas obtidas das matrizes com os cimentos endodônticos e a escada de alumínio.....	16
---	----

Figura 4. Programa de mensuração e determinação da densidade radiográfica (Digora for Windows).....	17
---	----

Figura 5. Cimento endodôntico utilizado para preparo (A); Placas de vidro 50x50 3.2mm e 20g (B); Seringa de 1,0mL (C)..	18
---	----

Figura 6. Peso de 100g.....	19
-----------------------------	----

Figura 7. Paquímetro Digital.....	19
-----------------------------------	----

Figura 8. Exemplos de medições e amostras tomadas Selapex (A); SealAta (B); SealAta Plus (C); MTA (D).....	20
--	----

LISTA DE GRÁFICOS E TABELAS

Páginas

Gráfico 1- Fórmula gerada a partir da densidade e espessura dos degraus da escada utilizado na conversão para mm de alumínio.....17

Gráfico 2- Valores ilustrados de acordo com os valores de pH de cada grupo, nos diferentes tempos experimentais.....26

Gráfico 3 - Valores ilustrados de acordo a liberação de íons cálcio de cada grupo, nos diferentes tempos experimentais.....28

Tabela 1 – Médias dos valores obtidos a partir do teste de radiopacidade $\pm$ desvio padrão de acordo com cada grupo.....23

Tabela 2 – Médias dos valores obtidos a partir do teste de escoamento, $\pm$ desvio padrão de acordo com cada grupo.....24

Tabela 3 – Valores médios obtidos a partir do teste de pH $\pm$ desvio padrão de acordo com cada grupo.....25

Tabela 4 – Valores médios obtidos a partir do teste de Liberação de íons cálcio $\pm$ desvio padrão de acordo com cada grupo.....26

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	12
2. OBJETIVOS	14
3. MATERIAL E MÉTODOS	15
Teste de Radiopacidade	15
Teste de Escoamento	18
Avaliação do pH	20
Liberação de íons cálcio	21
4. ANÁLISE ESTATÍSTICA	22
5.RESULTADOS.....	23
6.DISSCUSSÃO.....	29
7. CONCLUSÃO.....	32
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	32

1. INTRODUÇÃO

O tratamento endodôntico convencional objetiva neutralizar e remover todo o conteúdo necrótico e tóxico do sistema de canais radiculares, por meio do preparo químico-mecânico associado ao uso de uma medicação intra-canal (Hale et al. 2012; Gomes-Filho et al. 2011; Tanomaru et al., 2003). O preenchimento do espaço criado com a fase do preparo químico-mecânico é chamado de obturação do sistema de canais radiculares (Mutoh et al., 2011). Esta tríade composta por preparo químico-mecânico, medicação intra-canal e obturação do sistema de canais radiculares é denominada tratamento endodôntico convencional (Hale et al. 2012).

A obturação tem como objetivo anular o espaço vazio, onde deve ser obtido o melhor selamento possível, com a finalidade de impedir que bactérias remanescentes lesem os tecidos periapicais. As manobras efetuadas nas diferentes fases do tratamento endodôntico convencional objetivam proporcionar condições para que ocorra o reparo dos tecidos periapicais, bem como estimular a deposição de tecido duro na interface entre o material obturador e os tecidos periapicais (Cintra et al., 2012; Gomes-Filho et al., 2011; Holland & Souza et al., 1985).

A necessidade do emprego de materiais que sejam biocompatíveis é uma realidade, pois permaneceram definitivamente em contato com os tecidos periapicais (Cintra et al. 2012; Gomes-Filho et al. 2011; Batista et al. 2007; Cintra Holland & Souza 1985).

A procura por um material que tenha ótima biocompatibilidade, e características físico-químicas cada vez melhores é um dos objetivos da ciência endodôntica. Neste contexto, os cimentos endodônticos SealAta e SealAta Plus são cimentos experimentais em desenvolvimento cujas propriedades biológicas foram verificadas pelo nosso grupo de pesquisa (Processo Fapesp 2013/08335-1). Foi observado que ambos os cimentos possuem compatibilidade biológica semelhante ao Pro Root® MTA.

O SealAta e o SealAta Plus foram formulados a partir de cimentos precursores, sendo um para obturação convencional e outro para retrocavidades, respectivamente. Como se tratam de novos materiais, pouco se sabe sobre suas propriedades físico-químicas, fato que nos motivou a realizar esta pesquisa. Comparativamente a esses dois cimentos experimentais, serão utilizados os cimentos Sealapex® e Pro Root® MTA, que são cimentos biocompatíveis (Cintra et al., 2013; Gomes-Filho et al., 2008) e cujas propriedades físico-químicas já foram bastante estudadas (Bernabé et al., 2013; Marin-Bauza et al., 2012; Guerreiro-Tanomaru et al., 2009)

Dentre as propriedades físico-químicas, objetivamos estudar o escoamento, a radiopacidade, o pH e a liberação de íons cálcio.

O escoamento é importante para determinar a habilidade do cimento de penetrar nas irregularidades, ramificações e canais laterais (Almeida et al., 2007). Por outro lado, a fluidez excessiva pode ocasionar a extrusão de cimento para os tecidos periapicais, o que pode gerar danos aos tecidos periapicais (Suzuki et al., 2010; Holland et al., 2005). O escoamento dos materiais obturadores devem estar de acordo com as normas ISO (6876) ou ADA (57).

A radiopacidade é uma propriedade que o cimento endodôntico deve apresentar, uma vez que ela é responsável pela comprovação, por meio de imagem radiográfica, de que o canal radicular está preenchido. Cimentos com baixa radiopacidade dificultam a análise radiográfica do tratamento endodôntico (Hungaro-Duarte et al., 2012). O valor mínimo de radiopacidade que proporcione uma observação bidimensional confiável, também está especificado pela ADA (especificação número 57/2000) (ANSI/ADA, 2000).

A alcalinização da dentina, que ocorre quando a mesma é exposta ao pH básico é considerada um meio auxiliar para eliminar microrganismos do interior dos túbulos dentinários (Heward et al., 2011; Tronstad et al., 1981). Além disso, sabe-se que o cálcio é um importante agente para o reparo da reabsorção da superfície externa da raiz. O cálcio pode ativar a adenosina trifosfato, que está envolvida com a migração, diferenciação e mineralização (Calt et al., 1999). O cálcio também pode reagir com o gás carbônico e formar o carbonato de cálcio, o que favorece a mineralização (Javelet et al., 1985).

Assim, a proposta do presente estudo abrange a avaliação de propriedades físico-químicas dos cimentos endodônticos experimentais Seal Ata e Seal Ata Plus.

2. OBJETIVOS

Avaliar o escoamento, a radiopacidade, o pH e a liberação de íons cálcio dos cimentos experimentais SealAta e SealAta Plus e comparar suas propriedades físico-químicas com as dos cimentos Sealapex® e Pro-Root MTA®.

3. MATERIAL E MÉTODOS

Os cimentos foram manipulados e divididos em 4 grupos:

Grupo 1: Sealapex®

Grupo 2: SealAta

Grupo 3 SealAta Plus

Grupo 4: Pro Root MTA®

Teste de Radiopacidade

O teste para avaliar a radiopacidade foi realizado de acordo com as especificações da ISO 6876/2001. Para este teste, foram utilizados 6 espécimes por grupo. Matrizes de alumínio (10 mm de diâmetro e 2 mm de profundidade) foram preenchidas com os cimentos endodônticos após manipulação (Figura 1AB).

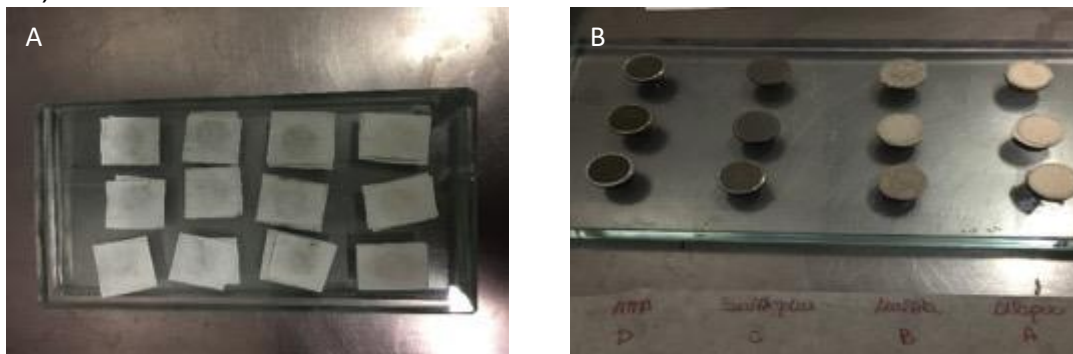


Figura 1. Matrizes com os cimentos preparados (A) e após tempo de presa (B)

Após presa, os espécimes foram posicionados junto à uma escala graduada de alumínio de 0,5-17mm e foram colocados sobre um sensor do sistema Digora (Soredex Orion Corporation, Helsínquia, Finlândia) (Figura 2A). O sensor foi exposto a um aparelho radiográfico (Dabi Atlante Inds. Médico Odontológicas Ltda, Ribeirão Preto, Brasil), com tempo de exposição de 0,3 segundos, distância focal de 30cm e o aparelho foi calibrado com 70kv, 10mA. Após exposição o sensor foi inserido no Equipamento Digora para processamento das imagens com o software Digora para Windows 5.1 (Figura 2B).



Figura 2. Corpos de prova e escada de alumínio preparados para serem radiografados (A); Equipamento utilizado para processamento e digitalização das imagens radiográficas (B) (Digora 1.51, Soredex (Orion Corporation , Helsínquia , Finlândia))

O sistema realizou o processamento das imagens de cada espécime (Figura 3) para realização das mensurações da densidade radiográfica.

Após obtenção das imagens, foi realizada leitura de densidade radiográfica para cada espécime, resultando em um valor numérico em cada leitura (Figura 4).

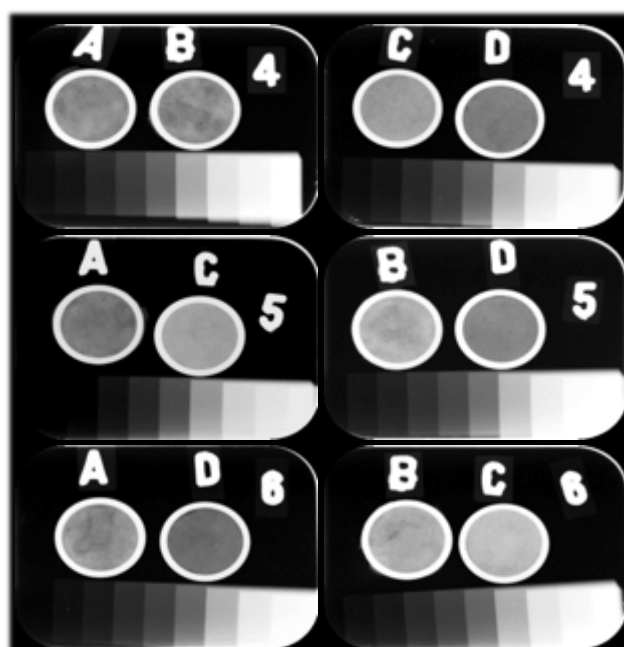


Figura 3. Imagens radiográficas obtidas das matrizes com os cimentos endodônticos e a escada de alumínio

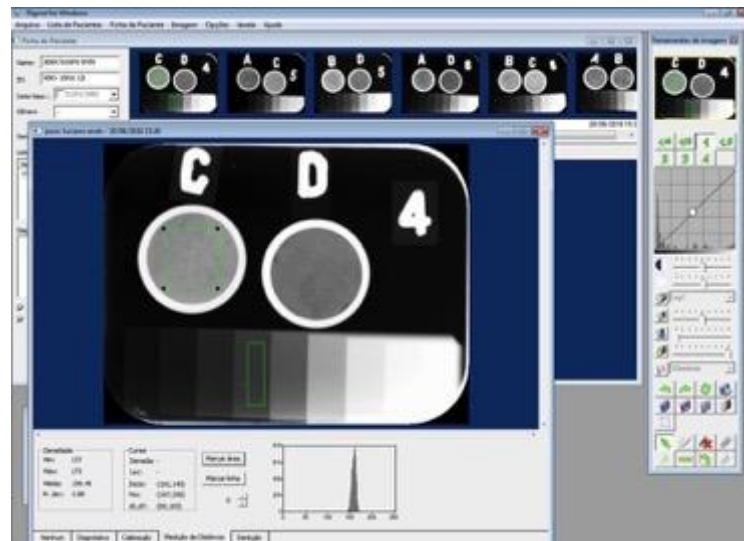


Figura 4. Programa de mensuração e determinação da densidade radiográfica (Digora for Windows).

Os valores de radiopacidade foram determinados de acordo com a densidade radiográfica, que também foi convertida em milímetros de alumínio como foi descrito por Duarte et al., 2009 (Gráfico 1).

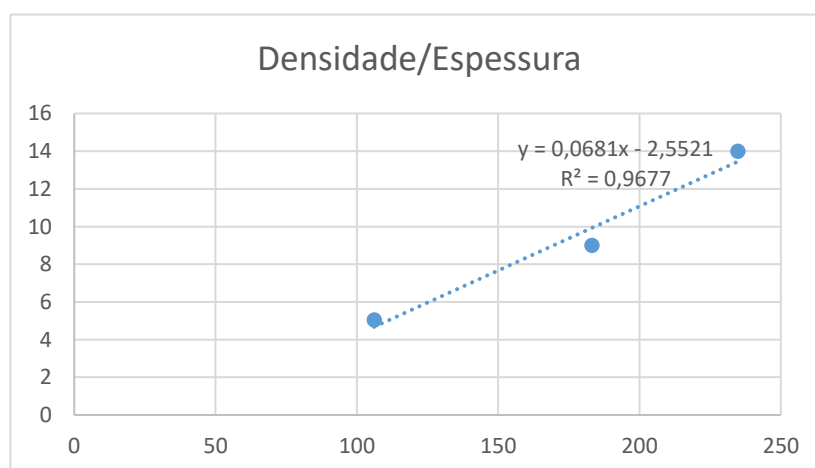


Gráfico 1- Fórmula gerada a partir da densidade e espessura dos degraus da escada utilizado na conversão para mm de alumínio.

Teste de Escoamento

O teste de escoamento foi realizado de acordo com as normas da ISO 6876/2001. O volume de 0,05mL de cimento endodôntico (Figura 5.A) foi preparado e colocado sobre uma placa de vidro (Figura 5.B), utilizando uma seringa de tuberculina de 1,0mL (Figura 5.C).

Aproximadamente 5 segundos depois do começo da mistura, uma segunda placa de vidro, de dimensões 50x 50x 3.2mm e 20g de peso (Figura 5.B), foi colocada e centralizada no cimento. Seguido por um peso de aproximadamente 100g para ter como peso final 120g (Figura 6).

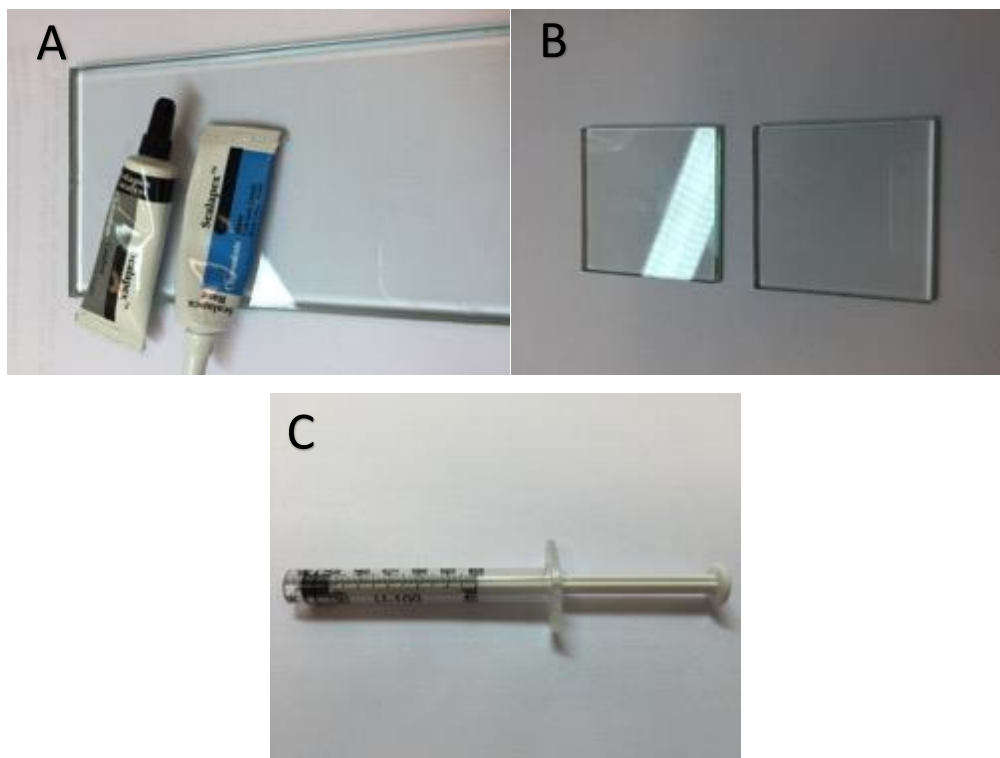


Figura 5. Cimento endodôntico utilizado para preparo (A); Placas de vidro 50x50 3.2mm e 20g (B); Seringa de 1,0mL (C)



Figura 6. Peso de 100g

Após dez minutos do início da mistura, o peso foi removido e os maiores e menores diâmetros dos discos formados foram medidos por meio de um paquímetro digital (Mitutoyo MTI Corporation) (Figura 7).



Figura 7. Paquímetro Digital

Seis amostras de cada cimento ($n = 6$) foram utilizadas, e a média de três medições para cada amostra, expressa em milímetros, foi tomada como o valor de escoamento da amostra.

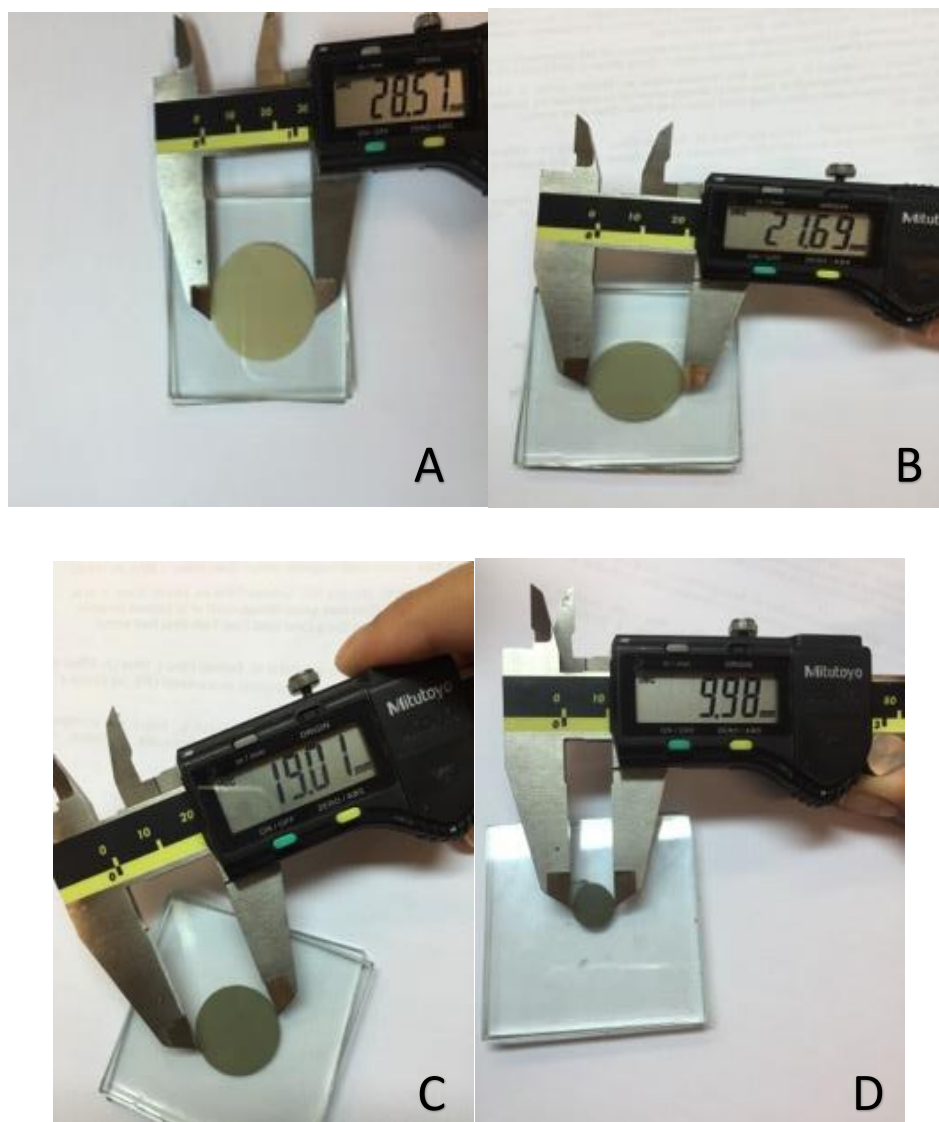


Figura 8. Exemplos de medições e amostras tomadas; Selapex (A); SealAta (B); SealAta Plus (C); MTA (D)

Avaliação do pH

Os cimentos endodônticos foram manipulados e, logo após, colocados em tubos de plástico (polietileno), com 1,0 mm de diâmetro e 10,0 mm de comprimento com uma única extremidade aberta, com o auxílio de uma espiral de lentulo (Dentisply Maillefer, Ballaigues, Suíça). Foram feitas radiografias periapicais nos tubos, para verificar a ausência de bolhas e o seu completo preenchimento. Para cada cimento foram confeccionadas 6 amostras. Após o enchimento dos tubos, as amostras foram pesadas e cada uma foi imersa em um tubo de ensaio contendo 10 ml de água deionizada (Permuton, Curitiba, PR, Brasil). Em seguida,

os tubos foram selados com “Parafilm” (American National Can, Menasha, WI) e mantidos em um forno com a temperatura de 37° C durante todo o período experimental. O pH foi medido com um a escala de pH (QM-400; Quimis, São Paulo, SP, Brasil), previamente calibrada (4, 7, 10).

O pH da água deionizada foi verificado antes da imersão das amostras, mostrando pH 6,9. Após a remoção das amostras, os tubos de ensaio foram agitados durante 5 segundos em um vortex e, em seguida, o pH foi mensurado. As avaliações foram realizadas em períodos de 3, 24, 72, 168 e 240 horas. Para cada período de avaliação a água deionizada foi renovada.

Liberação de íons cálcio

Os testes para avaliar a liberação de íons cálcio foram feitos no período de 3, 24, 72, 168 e 240 horas por meio de um espectrofotômetro de absorção atômica (Shimadzu, Tokyo, Japão). A utilização do espectrofotômetro foi feita seguindo as instruções do fabricante, comprimento de onda de 422,70 nm, gap de 0,2nm, na lâmpada para cálcio, corrente de 10mA, mantido por um fluxo de acetileno de 2,0L por minuto, suportado pelo ar. Uma solução de Cloreto de lantânio, de concentração e 10g/L foi utilizada para eliminar a interferência dos fosfatos e dos sulfatos e a possibilidade de formar óxidos refratários. Uma solução de estoque padrão de 10 mg/dL foi diluída em água, para obter as concentrações de 0.025, 0.05, 0,1, 0,25, 0,5, e 1,0 mg / dL. Os resultados foram calculados de acordo com uma curva criada com base em soluções com concentrações de cálcio pré-definidas.

4. ANÁLISE ESTATÍSTICA

A análise estatística foi realizada por meio do programa SigmaPlot 12.0™ (Chicago, IL, USA). A verificação da distribuição normal das variáveis contínuas quantitativas foi realizada pelos testes de Kolmogorov-Smirnov e Shapiro-Wilk. As variáveis que apresentarem distribuição normal foram expressas em média e $\pm$ desvio padrão.

Os valores quantitativos das análises foram avaliados por meio do teste ANOVA, enquanto que para comparações múltiplas dos resultados entre os grupos estudados, foi utilizado o teste de Tukey. Os resultados foram considerados estatisticamente significativos quando a probabilidade foi menor 5% ($p < 0,05$).

5. RESULTADOS

Teste de Radiopacidade

O teste de radiopacidade foi realizado, os dados obtidos em densidade ótica foram convertidos em mm de alumínio, cujos valores podem ser visualizados na tabela 1.

Tabela 1 – Médias dos valores obtidos a partir do teste de radiopacidade $\pm$ desvio padrão de acordo com cada grupo

Grupos	Radiopacidade (mm)	n
G1 - Sealapex®	6,95 $\pm$ 0,31 ^a	6
G2 - SealAta	7,98 $\pm$ 0,73 ^a	6
G3 - SealAta Plus	9,58 $\pm$ 1,05 ^b	6
G4 - ProRoot MTA®	5,63 $\pm$ 0,41 ^c	6

***letras sobrescritas diferentes representam diferença estatística significativa (P<0,05)**

Após aplicação do teste estatístico pode-se observar que o ProRoot MTA® obteve o menor valor de radiopacidade (5,63 $\pm$ 0,41mmAl) enquanto que o cimento experimental SealAta Plus obteve o maior valor (9,58 $\pm$ 1,05mmAl), sendo diferentes do ponto de vista estatístico (p<0,05). Os valores intermediários foram obtidos pelo cimentos Sealapex® (6,95 $\pm$ 0,31mmAl) e SealAta (7,98 $\pm$ 0,73mmAl), que foram semelhantes entre si (p>0,05) e diferentes do SealAta plus e do ProRoot MTA® (p<0,05).

Pode-se ordenar os materiais quanto a radiopacidade crescente da seguinte forma: ProRoot MTA®, Sealapex®, SealAta e SealAta Plus.

Teste de Escoamento

O teste de escoamento foi realizado, os valores obtidos no paquímetro foram anotados, e foram realizadas médias a partir dos mesmos, cujos valores podem ser visualizados na tabela 2.

Tabela 2 – Médias dos valores obtidos a partir do teste de escoamento, $\pm$ desvio padrão de acordo com cada grupo

Grupos	Escoamento*	n
Sealapex®	26,83 $\pm$ 0,68 ^a	6
SealAta	20,99 $\pm$ 0,44 ^b	6
SealAtaPlus	18,07 $\pm$ 0,30 ^c	6
ProRoot MTA®	10,55 $\pm$ 0,47 ^d	6

***letras sobrescritas diferentes representam diferença estatística significativa ($p < 0,05$)**

Após aplicação do teste estatístico pode-se observar que o ProRoot MTA® obteve o menor valor de escoamento (10,55 $\pm$ 0,47) enquanto que o cimento Sealapex® obteve o maior valor (26,83 $\pm$ 0,68), sendo diferentes do ponto de vista estatístico ($p < 0,05$). Os valores intermediários foram obtidos pelo cimentos experimentais SealAta (20,99 $\pm$ 0,44) e SealAta Plus (18,07 $\pm$ 0,30). Observa-se que os cimentos experimentais possuem um bom escoamento, propriedade essencial em cimentos endodônticos.

Pode-se ordenar os materiais quanto o escoamento crescente da seguinte forma: ProRoot MTA®, SealAta Plus, SealAta e Sealapex®.

Teste de pH

O teste de pH foi realizado, os valores obtidos para cada espécime foi anotado em cada tempo experimental e suas médias podem ser visualizadas na tabela 3 e no gráfico 2.

Tabela 3 – Valores médios obtidos a partir do teste de pH $\pm$ desvio padrão de acordo com cada grupo

Grupo	pH - Períodos de análise*				
	3h	24h	72h	168h	240h
Sealapex	9,96 $\pm$ 0,56 ^{Aa}	9,04 $\pm$ 0,29 ^{Ba}	8,69 $\pm$ 0,45 ^{Ba}	8,66 $\pm$ 0,47 ^{Ba}	8,62 $\pm$ 0,33 ^{Ba}
Seal Ata	10,01 $\pm$ 0,38 ^{Aa}	10,06 $\pm$ 0,37 ^{Ab}	9,81 $\pm$ 0,43 ^{Ab}	9,43 $\pm$ 0,26 ^{Ab}	9,26 $\pm$ 0,30 ^{Bb}
SealAtaPlus	10,07 $\pm$ 0,62 ^{Aa}	10,08 $\pm$ 0,37 ^{Ab}	10,00 $\pm$ 0,47 ^{Ab}	9,73 $\pm$ 0,42 ^{Ab}	9,54 $\pm$ 0,35 ^{Ac}
MTA	10,19 $\pm$ 0,54 ^{Aa}	10,10 $\pm$ 0,26 ^{Ab}	10,17 $\pm$ 0,33 ^{Ab}	10,06 $\pm$ 0,15 ^{Ac}	10,10 $\pm$ 0,39 ^{Ad}

***Em linhas, letras maiúsculas sobrescritas diferentes representam diferença estatística significativa ($p < 0,05$), de acordo com os períodos de avaliação de um mesmo grupo;**

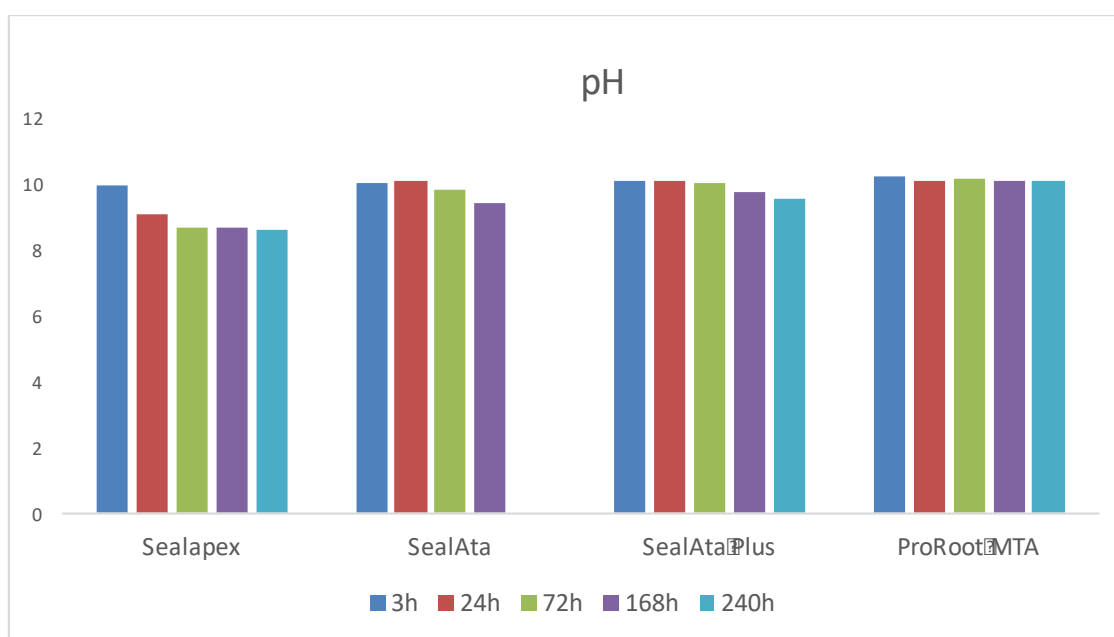
***Em colunas, letras minúsculas sobrescritas representam diferença estatística significativa entre os materiais em cada período de avaliação ($p < 0,05$).**

Não houve diferença estatística entre os valores de pH para o grupo ProRoot MTA® ou SealAta Plus em função do tempo de análise ($p > 0,05$). Já o Sealapex® apresentou pH mais elevado durante as primeiras 3 horas quando comparado aos demais períodos de análise ($p < 0,05$). O SealAta, por sua vez, apresentou queda no valor de pH no período de 240h de forma significativa quando comparado todos os períodos anteriores ($p < 0,05$).

Quando analisamos os resultados, de acordo com a variável tipo de cimento em cada período de análise, notamos que não houve diferença estatística, com relação ao pH, entre os grupos nas primeiras 3h ($p > 0,05$). Após 24h e 72h, notamos que o Sealapex® apresentou o menor pH quando comparado aos

demais grupos ($p < 0,05$). Após 168h, Sealapex® continuou apresentando o menor pH comparado a todos os grupos ($p < 0,05$), entretanto ainda notou-se que o ProRoot MTA®, apresentou o maior pH comparado a todos os grupos ($p < 0,05$). Após 240h, todos os grupos foram diferentes entre si ($p < 0,05$), podendo-se ordenar, de forma crescente os seguintes grupos: Sealapex®, SealAta, SealAta Plus e ProRoot MTA®.

Gráfico 2- Valores ilustrados de acordo com os valores de pH de cada grupo, nos diferentes tempos experimentais



Teste de Liberação de íons cálcio

O teste de liberação de íons cálcio foi realizado, os valores obtidos para cada espécime foram anotados em cada tempo experimental e suas médias podem ser visualizadas na tabela 4 e gráfico 3.

Tabela 4 – Valores médios obtidos a partir do teste de Liberação de íons cálcio $\pm$ desvio padrão de acordo com cada grupo.

Grupo	Liberação de íons cálcio - Períodos de análise				
	3h	24h	72h	168h	240h
Sealapex	2,54±0,37 ^{Aa}	2,10±0,23 ^{Aa}	1,84±0,43 ^{BCa}	1,62±0,19 ^{Ca}	0,93±0,08 ^{Da}
SealAta	3,54±0,26 ^{Ab}	3,42±0,33 ^{ABb}	3,11±0,17 ^{Bb}	1,87±0,21 ^{Cab}	1,35±0,25 ^{Db}
SealAtaPlus	4,13±0,40 ^{Ac}	3,83±0,17 ^{ABc}	3,57±0,09 ^{Bc}	2,04±0,13 ^{Cb}	1,58±0,22 ^{Db}
MTA	4,82±0,09 ^{Ad}	4,33±2,25 ^{Bd}	4,19±0,54 ^{Bd}	2,59±0,07 ^{Cc}	1,76±0,04 ^{Cc}

***Em linhas, letras maiúsculas sobrescritas diferentes representam diferença estatística significativa ($p<0,05$), de acordo com os períodos de avaliação de um mesmo grupo;**

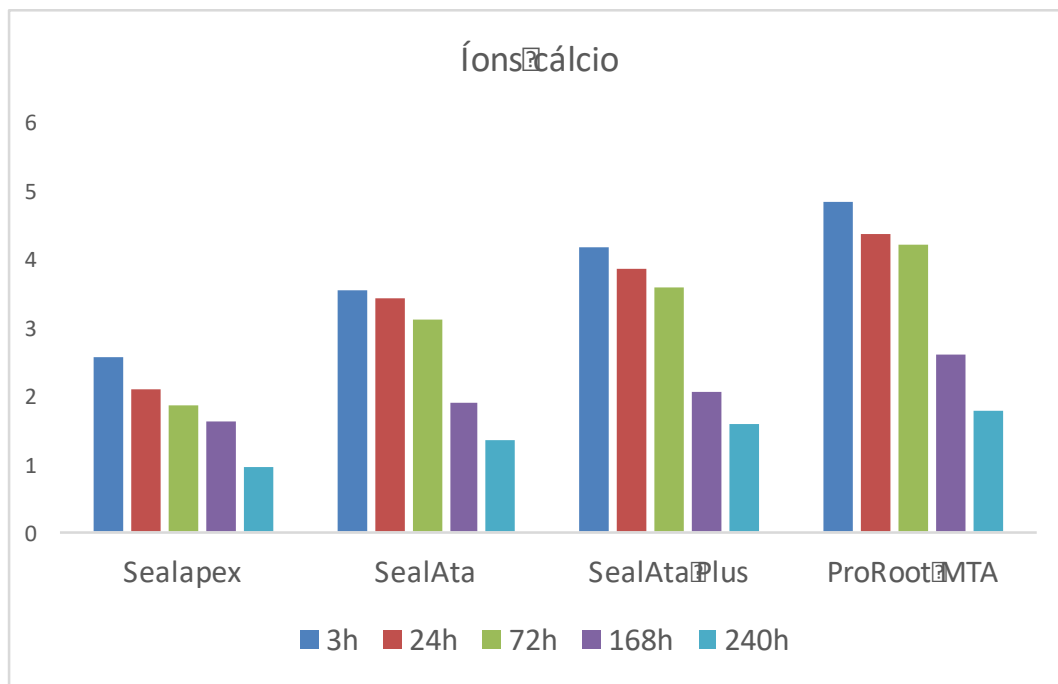
***Em colunas, letras minúsculas sobrescritas representam diferença estatística significativa entre os materiais em cada período de avaliação ($p<0,05$).**

Quando analisamos a variável tempo, notamos que a liberação de íons cálcio de todos os grupos experimentais foi decrescente ao longo do tempo. O Sealapex® teve sua maior liberação de íons cálcio no período de 3 horas ($p<0,05$), seguido pelos períodos de 24h, 72h e 168h. O período de 240h foi o que teve menos liberação de íons cálcio comparado aos demais grupos ($p<0,05$). O SealAta e o SealAta Plus tiveram a maior liberação de íons cálcio nos períodos de 3 e 24 horas ($p<0,05$), seguido pelos períodos de 72h e 168h. O período de 240h foi o de menor liberação de íons cálcio comparado aos demais períodos ($p<0,05$). O ProRoot MTA® liberou mais íons cálcio no período de 3h comparado aos demais períodos ($p<0,05$). Entre 24h e 72h a liberação de cálcio se manteve estável ($p>0,05$), e decresceu após 168h e 240h ($p<0,05$).

Quando analisamos os resultados, de acordo com a variável tipo de cimento, observamos que houve diferença estatística entre todos os grupos nos períodos de 3, 24 e 72 horas ($p<0,05$), podendo-se ordenar de forma crescente: Sealapex®, SealAta, SealAta Plus, ProRoot MTA®. No período de 168h, não houve diferença entre os cimentos Sealapex® e SealAta ($p>0,05$), tampouco entre os cimentos SealAta e SealAta Plus ($p>0,05$). No período de 240h, não houve diferença entre os cimentos SealAta e SealAta Plus ($p>0,05$). De um modo

geral, pode-se ordenar os materiais quanto à liberação de íons cálcio crescente da seguinte forma: Sealapex®, SealAta, SealAta Plus e ProRoot MTA®.

Gráfico 3 - Valores ilustrados de acordo a liberação de íons cálcio de cada grupo, nos diferentes tempos experimentais



6. DISCUSSÃO

O desenvolvimento de materiais obturadores requer vários testes laboratoriais, incluindo os testes de biocompatibilidade e as análises das propriedades físico-químicas. Estudos prévios do nosso grupo de pesquisa (Processo Fapesp 2013/08335-1), demonstraram que os cimentos Seal Ata e Seal Ata Plus possuem biocompatibilidade. Com isso, este estudo inicial nos motivou a estudar algumas características físico-químicas que são muito importantes para que um cimento endodôntico cumpra seu papel com sucesso, tais como radiopacidade, capacidade de escoamento, valor de pH e liberação de íons cálcio.

Em relação à radiopacidade, nossos resultados mostraram que o SealAta Plus apresentou os valores mais elevados, quando comparado aos demais cimentos estudados. Além disso, o SealAta apresentou radiopacidade similar ao Sealapex® e superior ao ProRoot MTA®. Considerando que o Sealapex® e o ProRoot MTA® são considerados cimentos com boa radiopacidade (Kaup et al., 2015; Tanomaru et al., 2009), os resultados apresentados neste trabalho sugerem que os cimentos propostos, SealAta e SealAta Plus, foram bem avaliados neste quesito. Além disso, de acordo com a normativa ISO 6876/2001 o material obturador deve ter, no mínimo, 3mmAl de radiopacidade. Desta forma, podemos inferir que os materiais possuem radiopacidade dentro dos padrões ISO.

O escoamento é importante para determinar a habilidade do cimento de penetrar nas irregularidades, ramificações e canais laterais (Almeida et al., 2007). De acordo com as normas ISO 6876/2001 é desejável que o cimento tenha escoamento de, no mínimo, 20mm de diâmetro. Tanto o Sealapex® quanto o SealAta apresentaram escoamento superior ao recomendado pelas normas ISO, 26,83mm e 20,99, respectivamente. Além disso, o escoamento do SealAta Plus foi próximo ao desejado, com média de 18,07mm de diâmetro. Considerando que este material foi idealizado para selar retrocavidades, assim como o MTA, o seu escoamento não atende a normativa ISO para cimento obturador.

O fato de o escoamento do Seal Ata ser próximo ao valor mínimo é bastante positivo, visto que a fluidez excessiva pode ocasionar extrusão de cimento para

os tecidos periapicais, o que pode gerar danos aos mesmos (Suzuki et al., 2010; Holland et al., 2005). Uma das características desejáveis a um cimento obturador é o pH alcalino, visto que pH básico tem a capacidade de neutralizar os produtos bacterianos, bem como a de eliminar alguns tipos de bactérias presentes nos túbulos dentinários (Heward et al., 2011; Tronstad et al., 1981). Todos os cimentos endodônticos testados neste estudo apresentaram pH básico em todos os períodos experimentais. Entretanto, o ProRoot MTA® foi o que manteve o pH mais básico e constante ao longo do tempo, seguido pelo SeaAta Plus e SealAta, que tiveram resultados similares, e pelo Sealapex®, que apresentou os menores valores e estabilidade ao longo dos períodos experimentais. Assim, sugere-se que os cimentos SealAta e SealAta Plus possuem pH favorável.

Por sua vez, a liberação de íons cálcio enriquece as propriedades de um cimento obturador, visto que o cálcio é de fundamental importância para que ocorra o reparo, por meio da mineralização (Calt et al., 1999; Javelet et al., 1985). Todos os cimentos endodônticos testados apresentaram liberação de cálcio, principalmente, nos períodos de 3 e 24h, que decresceu ao longo do tempo. O ProRoot MTA® foi o material que mais liberou cálcio, seguido pelo SealAta Plus, SealAta e Sealapex®.

De acordo com os resultados obtidos, pode-se concluir que os cimentos SealAta e SealAta plus apresentaram resultados satisfatórios, com radiopacidade e escoamento próximas ao Sealapex® e pH e liberação de íons cálcio próximos aos do ProRoot MTA®, o que faz com que o emprego dos mesmos seja indicado. Apesar disso, mais estudos precisam ser realizados a respeito de suas propriedades físico-químicas, como teste de solubilidade, tempo de presa, atividade antimicrobiana e infiltração para encorajar ou não o seu uso como material obturador, além de sua observação clínica a longo prazo.

7. CONCLUSÃO

Pode-se concluir que os cimentos SealAta e SealAta Plus possuem propriedades físico-químicas aceitáveis, devido aos resultados satisfatórios em relação a radiopacidade, escoamento, pH e liberação de íons cálcio.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Almeida JF, Gomes BP, Ferraz CC, Souza-Filho FJ, Zaia AA. Filling of artificial lateral canals and microleakage and flow of five endodontic sealers. *Int Endod J*. 2007;40:692-9.
2. ANSI/ADA. Specification n 57: endodontic sealing materials. Chicago, IL: ANSI/ADA; 2000.
3. Bernabé PF, Gomes-Filho JE, Bernabé DG, Nery MJ, Otoboni-Filho JA, Dezan-Jr E, Cintra LT. Sealing ability of MTA used as a root end filling material: effect of the sonic and ultrasonic condensation. *Braz Dent J*. 2013;24:107-10.
4. Calt S, Serper A, Ozçelik B, Dalat MD. pH changes and calcium ion diffusion from calcium hydroxide dressing materials through root dentin. *J Endod*. 1999;25:32931.
5. Cintra, LT, Ribeiro TA, Gomes-filho, JE, Bernabé, PF, Watanabe S, Facundo, AC, Samuel RO, Dezan-Junior E. Biocompatibility and biomineralization assessment of a new root canal sealer and root-end filling material. *Dent Traumatol* 2013; 29(2):145-50
6. Duarte MAH, de Oliveira El Kadre GD, Vivan RR, Guerreiro Tanomaru JM, Tanomaru Filho M, de Moraes IG. 2009. Radiopacity of portland cement associated with different radiopacifying agents. *J Endod* 35, 737-40.
7. Effect of different radiopacifying agents on the physicochemical properties of white Portland cement and white mineral trioxide aggregate. *J Endod*. 2012 Mar;38(3):394-7.
8. Gomes-Filho JE, Bernabé PF, Nery MJ, Otoboni-Filho JA, Dezan-Júnior E, de Moraes Costa MM, de Faria MD, Watanabe S, Gomes AC. Reaction of rat connective tissue to a new calcium hydroxide-based sealer. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod*. 2008 Aug;106(2):e71-6.
9. Gomes-filho JE, Watanabe S, Lodi CS, Cintra LT, Nery MJ, Filho, JA, Dezan E JR, Bernabé PF. Rat tissue reaction to MTA FILLAPEX®. *Dent Traumatol* 2011.

10. Guerreiro-Tanomaru JM, Duarte MA, Gonçalves M, Tanomaru-Filho M. Radiopacity evaluation of root canal sealers containing calcium hydroxide and MTA. *Braz Oral Res.* 2009 Apr-Jun;23:119-23.
11. Heward S, Sedgley CM. Effects of intracanal mineral trioxide aggregate and calcium hydroxide during four weeks on pH changes in simulated root surface resorption defects: an in vitro study using matched pairs of human teeth. *J Endod.* 2011;37:40-4.
12. Holland R, De Souza V. Ability of a new calcium hydroxide root canal filling material to induce hard tissue formation. *J Endod* 1985;11:535-43.
13. Holland R, Sant'Anna-Júnior A, Souza V, Dezan Júnior E, Otoboni Filho JA, Bernabé PF, et al. Influence of apical patency and filling material on healing process of dogs' teeth with vital pulp after root canal therapy. *Braz Dent J.* 2005;16:9-16.
14. Hungaro Duarte MA, Minotti PG, Rodrigues CT, Zapata RO, Bramante CM, Tanomaru Filho M, Vivan RR, Gomes de Moraes I, Bombarda de Andrade F.
15. Javelet J, Torabinejad M, Bakland LK. Comparison of two pH levels for the induction of apical barriers in immature teeth of monkeys. *J Endod.* 1985;11:375-8. Hale R, Gatti R, Glickman GN, Opperman LA. Comparative analysis of carrierbased obturation and lateral compaction: a retrospective clinical outcomes study. *Int J Dent* 2012;2012:954675.
16. Kaup M, Schäfer E, Dammaschke T. An in vitro study of different material properties of Biodentine compared to ProRoot MTA. *Head Face Med.* 2015 May 2;11:16. doi: 10.1186/s13005-015-0074-9.
17. Marín-Bauza GA, Silva-Sousa YT, da Cunha SA, Rached-Junior FJ, Bonetti-Filho I, Sousa-Neto MD, Miranda CE. Physicochemical properties of endodontic sealers of different bases. *J Appl Oral Sci.* 2012; 20(4):455-61.
18. Mutoh N, Tani-ishi N. A biocompatible model for evaluation of the responses of rat periapical tissue to a new zinc oxide-eugenol sealer. *Dent Mater J* 2011;30:176-82.

19. Suzuki P, Souza V, Holland R, Murata SS, Gomes-Filho Je, Dezan Júnior e, et al. Tissue reaction of the endoReZ in root canal fillings short of or beyond an apical foramen like communication. Oral Surg Oral Med Oral Path Oral Rad endod. 2010;109:e94-9.
20. Tanomaru JM, Leonardo MR, Tanomaru Filho M, Bonetti Filho I, Silva LA. Effect of different irrigation solutions and calcium hydroxide on bacterial LPS. Int Endod J 2003;36:733-9.
21. Tronstad L, Andreasen JO, Hasselgren G, Kristerson L, Riis I. pH changes in dental tissues after root canal filling with calcium hydroxide. J Endod. 1981 Jan;7:17-21.