



Járcio Vitório BALDI*

 <https://orcid.org/0000-0003-1134-5330>


Michela Melissa D. Seixas SOSTENA**

Nilton Cesar Pezati BOER***

 <https://orcid.org/0000-0002-2604-4103>

Luciana Estevam SIMONATO****

Alailson Domingos dos SANTOS*****

 <https://orcid.org/0000-0002-0759-8311>

Recebido em: 22 de Novembro de 2017

Aprovado em: 24 de Julho de 2018

**AVALIAÇÃO DA SOLUBILIDADE E DUREZA DOS CIMENTOS
ENDODÔNTICOS SEALER 26 E CEOE (EXPERIMENTAL)****SEALER 26 AND CEOE (EXPERIMENTAL) ENDODONTIC
CEMENT SOLUBILITY AND HARDNESS ASSESSMENT****RESUMO**

Este estudo teve como objetivo avaliar a solubilidade e dureza de dois cimentos obturadores endodônticos: Sealer 26 e o cimento experimental CEOE desenvolvido pelo grupo Vidros e Cerâmicas-Unesp Ilha Solteira. O teste de solubilidade foi realizado pela análise de porcentagem de massa perdida do material de acordo com a norma 57 da ADA, sendo preparados cinco espécimes de cada grupo. Para os testes de microdureza, as amostras foram pesadas antes e após 7 dias de imersão em água deionizada. A diferença de massa foi aferida em uma balança analítica. O teste de dureza foi realizado com um Microdurômetro HMV 2000. A análise estatística foi feita utilizando-se a Análise de Variância (ANOVA) com $p < 0,05$. Com relação à solubilidade, os resultados demonstraram que os cimentos não apresentaram diferenças estatísticas significativas. Já em relação aos testes de microdureza, podemos observar uma diferença estatisticamente significativa entre os cimentos. Diante das limitações desse estudo, podemos concluir que o cimento endodôntico experimental CEOE apresenta boas características físico-químicas como cimento obturador endodôntico.

Descritores: Endodontia. Cimentos dentários. Solubilidade. Obturação do canal radicular.

ABSTRACT

This paper aims to evaluate the solubility and hardness of two endodontic filling cements: Sealer 26 and the experimental CEOE cement developed by Glasses and Ceramic-Unesp Ilha Solteira group. The solubility test was performed through an analysis of percentage of material lost mass under the norm 57 ADA, being prepared five specimens from each group. To micro hardness testing, the samples were weighed before and after 7 days of deionized water immersion. Mass difference was measured with an analytical balance. Hardness testing was performed by HMV 200 micro hardness tester. Statistical analysis was made through Variance Analysis (ANOVA) with $p < 0,05$. Regarding to solubility, the results revealed that the cements did not present significant statistical differences. However in the case of micro hardness, we could observe a significant statistical difference between cements. Given the limitations of this paper, we can infer that CEOE experimental endodontic cement presents good physical-chemical properties as endodontic filling cement.

Descriptors: Endodontics. Dental cements. Solubility. Root canal obturation.

*Doutor, Docente da Universidade Estadual do Norte do Paraná – UENP, jarciobaldi@hotmail.com**Doutora, Docente do Centro Universitário de Santa Fé do Sul – Unifunec, michelamelissa@yahoo.com.br***Doutor, Docente da Universidade Brasil, nilton.boer@universidadebrasil.edu.br****Doutora, Responsável pelo Serviço de Estomatologia do Centro de Especialidades Odontológicas – CEO, Docente da Universidade Brasil e da Fundação Educacional de Fernandópolis – FEF, luciana.simonato@universidadebrasil.edu.br*****Doutor, Docente do Centro Universitário de Santa Fé do Sul – Unifunec, pesquisador voluntário na UNESP- Ilha Solteira - Departamento Física e Química, alailson.domingos@yahoo.com.br

1 INTRODUÇÃO

Os cimentos odontológicos à base de Cimento Portland foram apresentados ao mercado desde os anos 90, sendo exaustivamente analisados em pesquisas científicas. Tais cimentos possuem inúmeras aplicações na odontologia, principalmente, auxiliando numa reparação biológica nos casos de selamento biológico de perfurações radiculares, pulpotomias, capeamento pulpar e nas obturações retrógradas de cirurgias perirradiculares. Entretanto, apresentam um inadequado tempo de presa e uma consistência que dificulta o seu manuseio durante os procedimentos clínicos. Um cimento experimental à base do Cimento de Portland (CEOE) foi desenvolvido pelo Grupo Vidros e Cerâmicas da Faculdade de Engenharia Física e Química da UNESP - Ilha Solteira. Tal cimento detém algumas propriedades semelhantes às aquelas apresentadas pelo MTA^{1,2,3}. Nos últimos anos, vários pesquisadores tentaram utilizar o cimento MTA como cimento obturador endodôntico, porém sem um índice, devido às características físicas desse material, que dificultam seu uso para essa finalidade^{4,5,6,7,8}. Os cimentos endodônticos obturadores de canais devem possuir algumas propriedades físico-químicas e biológicas como: biocompatibilidade, pH alcalino, estabilidade dimensional, boa radiopacidade, auxiliador no processo de reparo tecidual e baixa solubilidade. A solubilidade é definida como a capacidade de um composto dissolver-se num líquido. O fato desses materiais permanecerem em íntimo contato com os fluidos tissulares faz desta propriedade uma das mais importantes, por não permitir a recontaminação do canal radicular. A dureza é a propriedade mecânica definida como resistência da superfície de um material à penetração de outro material.

O uso clínico dos cimentos endodônticos não os coloca sob esforço de cargas mastigatórias, porém os ensaios de dureza devem ser realizados para a caracterização dos materiais no estudo das suas propriedades mecânicas. A proposta deste estudo foi comparar um novo cimento obturador endodôntico experimental, denominado CEOE, obtido a partir da formulação do cimento selador CER, e avaliar sua solubilidade e dureza usando como modelo comparativo o cimento endodôntico resinoso Sealer 26[®] (Dentsply Ind. e Com. Ltda, Petrópolis – Brasil).

2 MATERIAL E MÉTODOS

Todos os espécimes utilizados neste estudo foram preparados seguindo-se as orientações do fabricante com relação às proporções pó/líquido. Utilizou-se 0,35g de pó para 0,21g de

líquido para o Sealer 26[®] e, para o cimento experimental CEOE, a proporção foi de 0,25g de pó para 0,30g de líquido.

Solubilidade

A solubilidade dos cimentos foi medida de acordo com a especificação n^o.57 da ANSI/ADA. Foram preparados cinco espécimes de cada cimento, utilizando anéis de PVC de 1,5 mm de espessura e 20 mm de diâmetro. Os espécimes foram levados a uma cabine com temperatura de 37°C e umidade relativa entre 95% e 100%, onde permaneceram por um tempo superior a três vezes o seu tempo de endurecimento. Após esse período, os espécimes foram pesados e imersos em um erlenmeyer com 50 ml de água deionizada. O conjunto foi pesado antes do início dos testes sendo que as massas dos erlenmeyers foram verificadas em balança analítica com 4 casas decimais. Decorridas 24 horas da imersão em água, os corpos de prova foram retirados dos frascos e os erlenmeyers foram acondicionados abertos em uma estufa onde permaneceram sob temperatura de 70°C até que toda água fosse evaporada, sendo então levados a um dessecador onde permaneceram por um período de 2 horas. Após este procedimento, os frascos foram então pesados e novamente armazenados na estufa, repetindo o processo até que a massa do frasco não apresentasse alteração de valores em sua leitura na balança. A solubilidade dos cimentos (*S*) foi considerada como sendo a porcentagem de massa perdida de cada espécime, tendo como base o aumento de massa nos frascos, conforme a equação 1:

$$S = \frac{M_f - M_i}{M_i} \times 100 \quad (1)$$

Onde M_f e M_i correspondem à massa final e inicial dos frascos, respectivamente.

Microdureza

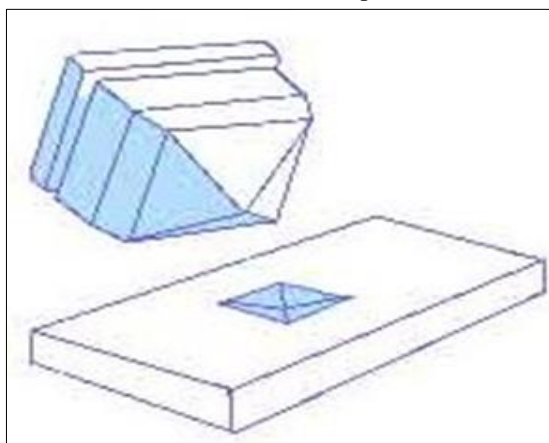
Em odontologia, os ensaios de microdureza por penetração ou por indentação são os mais utilizados e citados nas especificações técnicas. Estes ensaios baseiam-se em produzir deformação permanente na superfície de um material usando um penetrador ou *indentor*, o qual é forçado contra a superfície do material testado sob condições controladas de carga e taxa de aplicação. A carga e a forma do penetrador variam para cada tipo de ensaio e, conseqüentemente, gera uma figura característica impressa pelo penetrador na superfície da amostra. Na odontologia, os testes mais utilizados são os de Microdureza Knoop (HK) e o Vickers (HV). A diferença básica entre os dois está na ponta do penetrador onde, no teste de microdureza Knoop, a ponta do penetrador tem a forma piramidal de base alongada. Já no teste de Vickers, o

penetrador possui um formato de uma pirâmide de diamante de base quadrada e com um ângulo de 136° entre faces opostas.

Em nosso estudo, foi avaliada a microdureza Vickers dos materiais. Foram utilizados quatro espécimes de cada material, preparados com 5 mm de diâmetro e 3 mm de espessura em ambiente com temperatura em torno de 25°C e depois levados à cabine com temperatura de 37°C e umidade relativa entre 95% e 100%, onde permaneceram por um tempo superior a três vezes o seu tempo de endurecimento. Após esse período, os espécimes foram retirados do porta-amostra, colados em um cilindro de aço com auxílio de cera de abelha e lixados com lixa 600 para obtenção de superfícies planas e paralelas.

Em seguida, as amostras foram posicionadas no microdurômetro. As indentações foram feitas em cada amostra, variando-se as regiões para se obter um valor médio levando-se em conta toda a superfície da amostra. Para a análise estatística das quinze indentações realizadas para cada espécime, utilizaram-se os 10 valores mais coerentes (valores das diagonais mais próximas). O teste foi feito utilizando-se um Microdurômetro HMV 2000, da marca Shimadzu, equipado com penetrador tendo sua ponta de diamante para teste de microdureza Vickers (HV), utilizando-se carga de 1,961N, por 15 segundos. Durante os ensaios, a carga pôde variar de 5 a 100 Kgf, sendo mantida constante por um período de 10 a 30s. O indentor de Vickers, como mostra a Figura 1, é pressionado na amostra, deixando uma base quadrada em sua superfície.

Figura 1 - Área impressa na superfície do material com o indentor. Preparo da amostra



Fonte: matweb¹

O n mero da microdureza Vickers   uma funç o da carga aplicada (P) e da diagonal (d) da base quadrada da impress o na superf cie do material, conforme a Equa o 2 abaixo:

¹ Dispon vel em: <http://www.matweb.com/reference/vickers-hardness.aspx>

$$HV = \frac{2Psen \frac{136}{2}}{d^2} = \frac{1,854P}{d^2} \quad (2)$$

Como a carga é dada em N ou Kgf e a diagonal, em mm, a dimensão da microdureza Vickers é indicada em N/mm² ou Kgf/mm².

A microdureza pode ser definida como a razão entre a carga e a área superficial da impressão permanente provocada na superfície do material, em concordância com a Equação 3 abaixo:

$$Dureza = \frac{carga}{\text{área}_{\text{superfície-impressa}}} \quad (3)$$

Para a avaliação estatística dos resultados foi utilizada a análise de variância (ANOVA) e Testes de médias de Tukey.

3 RESULTADOS

Solubilidade

A Tabela 1 mostra os resultados do estudo da solubilidade dos cimentos CEOE e Sealer 26[®].

Tabela 1 - Solubilidade dos cimentos CEOE e Sealer 26[®].

	A 1	A 2	A 3	A 4	A 5	Média	Sd
CEOE	0,0092	0,0085	0,0064	0,0080	0,0041	0,0072	0,002
Sealer 26[®]	0,013	0,011	0,012	0,032	0,023	0,018	0,009

Fonte: Dos próprios autores.

Microdureza

A Tabela 2 apresenta os resultados dos valores de microdureza dos cimentos CEOE e Sealer 26[®]. Os valores apresentados são as médias e o desvio padrão das dez penetrações produzidas pelo microdurômetro em cada espécie.

Tabela 2 - Valores médios de microdureza (N/mm²) das amostras dos cimentos CEOE e Sealer 26[®].

	A 1	A 2	A 3	A 4	Média	Sd
CEOE	28,67	33,24	34,63	35,49	33,00	3,03
Sealer 26[®]	27,16	29,85	29,28	26,37	28,57	1,56

Fonte: Dos próprios autores.

Os resultados demonstraram que a solubilidade dos cimentos avaliados está dentro das especificações da Norma 57 da ANSI/ADA, a qual determina que a solubilidade de um cimento endodôntico não deve ser superior a 3% de sua massa original. O desvio padrão elevado observado para os dois cimentos pode ser devido ao número limitado de amostras definido pela norma ADA/ANSI. A análise estatística deste teste mostrou que não houve diferença significativa ($P=0,1013$) entre os valores de solubilidade dos materiais estudados. Com relação à microdureza, houve uma diferença estatisticamente significativa entre os valores dos dois cimentos ($P=0,03130$).

4 DISCUSSÃO

Alguns fatores como temperatura, pressão e pH podem interferir na solubilidade de um material. A baixa solubilidade dos cimentos estudados está associada à presença de resina epóxi na sua composição, conforme foi concluído nos estudos de Verziani et al¹¹ e Carvalho et al¹². A baixa solubilidade observada em ambos os cimentos pode ser um dos fatores que contribuíram para a excelente capacidade seladora dos cimentos endodônticos. Wu et al¹³ reportaram a existência de uma correlação entre a selabilidade e a solubilidade nos cimentos endodônticos.

Durante a solubilização, pode ocorrer a formação de poros prejudicando a selabilidade destes compostos, além disso, pode haver liberação de produtos tóxicos ao organismo. Portanto, a baixa solubilidade é uma característica importante que os cimentos endodônticos devem apresentar. Por outro lado, um material que possua hidróxido de cálcio na sua composição pode liberar este composto durante a solubilização. Isto nos leva a crer que a solubilidade de um obturador endodôntico que possui em sua composição $\text{Ca}(\text{OH})_2$ pode estar relacionada com sua participação no processo de reparo tecidual. Alguns estudos demonstraram bons resultados no reparo apical quando esses cimentos possuem esse elemento na sua composição^{9,10}. Esses cimentos liberam íons cálcio e hidroxila quando em contato com meio aquoso. O ácido e o gás carbônico, provenientes dos tecidos, reagiriam com o íon hidroxila proveniente da dissociação do hidróxido de cálcio. O produto desta reação é o íon carbonato que dará a origem ao carbonato de cálcio, que é responsável pela indução à formação de tecido mineralizado.

Diante do exposto, podemos concluir que a solubilidade de um cimento obturador à base de hidróxido de cálcio está diretamente ligada à sua capacidade de liberar íons Ca^{++} e OH^- . Quanto maior a concentração de íons Ca^{++} e OH^- liberados, maior será a capacidade de auxiliar no processo de reparo. No entanto, esta solubilização não deve ser elevada, pois pode prejudicar

o selamento endodôntico apical, provocando problemas relacionados à infiltração de exsudatos e bactérias.

Os resultados demonstraram que a solubilidade dos cimentos estudados está dentro das especificações da Norma 57 da ANSI/ADA, a qual exige que a solubilidade de um cimento endodôntico não deve ser superior a 3% de sua massa original. O desvio padrão elevado observado para os dois cimentos pode estar relacionado ao número de espécimes das amostras.

A análise estatística mostrou que não existe diferença significativa ($P= 0,1013$) entre os valores de solubilidade dos materiais estudados.

Com relação à microdureza, o cimento CEOE apresentou melhores resultados para a microdureza do que o cimento Sealer 26[®]. Essa variação pode ocorrer devido à diferença na composição química dos materiais e à relação pó/líquido adotada nesse estudo que, apesar de ter sido realizada de acordo com as orientações do fabricante, é bem menor para o cimento experimental do que a proporção do Sealer 26[®] (0,83 para o CEOE e 1,66 para o Sealer 26[®]). Outro fator que pode contribuir para a diferença na microdureza seria a granulometria dos cimentos, porém não possuímos informações sobre o tamanho das partículas do Sealer 26[®].

5 CONCLUSÃO

Com relação aos cimentos endodônticos avaliados, não observamos diferenças significativas no comportamento dos materiais para a solubilidade. Para a propriedade de dureza, houve diferenças estatisticamente significativas, com melhores resultados para o cimento experimental CEOE. Considerando as limitações do estudo, podemos concluir que o cimento endodôntico experimental CEOE apresentou características físico-químicas satisfatórias para um cimento obturador endodôntico.

REFERÊNCIAS

- 1 Gomes-Filho JEL, Rodrigues G, Watanabe S, Estrada Bernabé PF, Lodi CS, Gomes AC, Faria MD., et al. Evaluation of the Tissue Reaction to Fast Endodontic Cement (CER) and Angelus MTA. *J. Endod.* [Internet] 2009; 35 (10): 1377-1380. Disponível em: <http://www.oro centro.com.br/files/file-452084032.pdf>
- 2 Santos AD, Araújo EB, Yukimitu K, Barbosa JC, Moraes JC. Setting time and thermal expansion of two endodontic cements. *Oral Surg. Oral Med. Oral Pathol. Oral Radiol. Endod.* [Internet] 2008; 106 (3): 77-79. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.tripleo.2008.04.021>

- 3 Santos AD, Moraes JCS, Araújo EB, Yukimitu K, Valério Filho, WV. Physico-chemical properties of MTA and a novel experimental cement. *Int. Endod. J.* [Internet] 2005; 38 (7): 443-447. Disponível em: <https://doi.org/10.1111/j.1365-2591.2005.00963.x>
- 4 Maroto M, Barbería E, Planells P, Vera V. Treatment of a non-vital immature incisor with mineral trioxide aggregate (MTA). *Dent. Traumatol.* [Internet] 2003; 9 (3): 165-169. Disponível em: <https://doi.org/10.1034/j.1600-9657.2003.00106.x>
- 5 Holland R, Souza V, Nery MJ, Otoboni Filho JA, Bernabé PFE, Dezan Júnior E. Reaction of dogs' teeth to root canal filling with mineral trioxide aggregate or a glass ionomer Sealer. *J. Endod.* [Internet] 1999; 25 (11):728-730. Disponível em: [https://doi.org/10.1016/S0099-2399\(99\)80118-6](https://doi.org/10.1016/S0099-2399(99)80118-6)
- 6 Holland R, Mazuelli L, Souza V, Murata, SS, Dezan Júnior, E, Suzuki, P. Influence of type of vehicle and limit of obturation on apical and periapical tissue response in dogs teeth after root canal filling with mineral trioxide aggregate. *J Endod.* 2007;33:693-697.
- 7 Vizgirda PJ, Liewehr FR; Patton WR, Mcpherson JC, Buxton TB. A comparative of laterally condensed gutta-percha, thermoplasticized gutta-percha and mineral trioxide aggregate as root canal filling materials. *J Endod.* 2004;30:103-106.
- 8 Yeung PL, Liewehr FR, Moon PCA quantitative comparison of the fill density of MTA produced by two placement techniques. *J Endod.* 2006;32:456-459.
- 9 Gomes Filho, JE, Watanabe S, Lodi CS, Cintra LTA, Nery MJ, Otoboni Filho JÁ, Dezan Jr. E, Bernabé PFE. Rat tissue reaction to MTA FILLAPEX. *Dental Traumatol.* 2011; 28:452-456.
- 10 Nagas E, Uyanik MO, Eymirly A, Cehreli ZC, Vallittu PK, Lassila LV, Durmaz V. Dentin Moisture Conditions Affect the Adhesion of Root Canal Sealers. *J Endod.* 2012;38:40–244.
- 11 Verziani MA, Carvalho JR, Padilha MIAF, Lacey S, Pascon EA, Sousa Neto MDA. Comparative study of physicochemical properties of AHPlus and Epiphany root canal sealants. *Int Endod J.* 2006;39:464-471.
- 12 Carvalho JR, Guimarães LFL, Correr Sobrinho, L, Pécora, JD, Souza-Neto, MD. Evaluation of solubility, disintegration, and dimensional alterations of glass ionomer root canal Sealer. *Braz Dent J.* 2003; 14:114-118.
- 13 Wu, MK, Wesselink, PR, Boersma, JA. 1-year follow-up study on leakage of four root canal Sealers at different thicknesses. *Int Endod J.* 1995; 28:185–189.