

Propriedades físico-químicas de cimentos endodônticos à base de óxido de zinco e eugenol

Gabriela Alves de Santana Castro¹  | Malena Ana da Silva Morais¹  | Carlos Alberto Monteiro Falcão¹  | Luciana Reinaldo Lima¹  | Maria Ângela Arêa Leão Ferraz¹ 

¹Centro Universitário Uninovafapi, Teresina, Piauí, Brasil

Objetivo: Analisar as propriedades físico-químicas, escoamento, tempo de presa, solubilidade e alteração dimensional, dos cimentos endodônticos à base de óxido de zinco e eugenol: Endomethasone N, Endofill e Grossmann, de acordo com a especificação número 57 da *American Dental Association*.

Métodos: Realizou-se os testes nas condições ambientais de $23^{\circ} \pm 2^{\circ}\text{C}$ e $50 \pm 5\%$ de umidade relativa do ar, mantidas 48 h antes dos procedimentos, repetindo-se cinco vezes e obtendo-se uma média aritmética.

Resultados: Os cimentos à base de óxido de zinco e eugenol analisados apresentaram tempo de endurecimento elevados, para o teste de escoamento, o Endofill e Grossman apresentaram-se acima do estabelecido. Em relação à solubilidade, o Endomethasone N esteve dentro do padrão e os demais cimentos excederam.

Conclusão: Todos os cimentos analisados obtiveram valores diferentes do recomendado para alteração dimensional. Nenhum dos cimentos enquadrou-se completamente nas normatizações.

Descritores: Odontologia. Propriedades físicas e químicas. Pesquisa em odontologia.

Submetido: 09/12/2019

Aceito: 07/06/2020

INTRODUÇÃO

Para que se tenha sucesso na terapia endodôntica é necessária a preparação químico-mecânica e o selamento hermético do sistema de canais radiculares. Um selamento tridimensional é feito a partir do uso de um material obturador e tem como objetivo preenchimento total do sistema de canais radiculares, evitando a proliferação de microrganismos, responsáveis pelo aparecimento ou preservação de lesões periapicais¹.

Materiais obturadores têm como finalidade reduzir o campo de interação existente entre a guta percha e as paredes dos canais radiculares, dando origem a um preenchimento íntegro e impermeável. Para tanto, as propriedades físico-químicas destes materiais são de suma importância, já que o tempo de endurecimento,

escoamento, alteração dimensional e solubilidade são características intrínsecas que interferem diretamente no selamento hermético dos canais radiculares e, conseqüentemente, na manutenção da desinfecção prévia^{2,3}.

Para avaliação destas propriedades e com o objetivo de possibilitar uma padronização de resultados, em 2000, a *American National Standards Institute/American Dental Association* (ANSI/ADA) executou o título de especificação 57, que consiste em normas e testes específicos para avaliação das propriedades físico-químicas dos materiais obturadores⁴.

Para realização deste estudo, são empregados corpos de prova com dimensões reduzidas em relação à especificação 57 ANSI/ADA (2000), possibilitando a realização dos testes utilizando uma quantidade menor de

Autor para Correspondência: Maria Ângela Arêa Leão Ferraz
Rua São Leonardo, 790, bloco 4, casa 3, Teresina, Piauí, Brasil.
CEP.: 64.073.063. Telefone: + 55 86 9 9403 9340.
E-mail: mariaferraz@uninovafapi.edu.br

material sem que houvesse danos ou alterações nos resultados⁵.

O estudo das propriedades de cimento endodônticos gera resultados para embasamento da prática clínica, bem como fornece parâmetros de pesquisa para o desenvolvimento novos produtos⁶.

O objetivo deste estudo foi analisar as propriedades físico-químicas dos cimentos endodônticos à base de óxido de zinco e eugenol: Endomethasone N, Endofill e Grosman, de acordo com a especificação número 57 da American Dental Association.

MATERIAL E MÉTODOS

A análise das propriedades físico-químicas seguiram a Especificação número 57 ANSI/ADA (2000), com as alterações dos tamanhos dos corpos de prova⁵. Os testes foram realizados nas condições ambientais de $23^{\circ} \pm 2^{\circ}$ C de temperatura e $50 \pm 5\%$ de umidade relativa do ar, mantidas 48 h antes do início dos procedimentos, com repetição de cinco vezes e obtida a média aritmética das repetições.

Foram utilizados os cimentos Endomethasone N (Septodont, Saint-Maur-des-Fossés, França) Endofill (Dentsply Chile Comercial Ltda, Santiago, Chile) e Grosman (Fórmula e Ação, São Paulo, Brasil).

Para teste do tempo de endurecimento, os cimentos analisados foram manipulados e colocados no interior de molde metálico, com diâmetros internos de 10 mm e espessuras uniformes de 2 mm, até preenchimento total. Passados 120 ± 10 s do início da mistura, colocou-se o conjunto placa de vidro/molde/cimento, em recipiente plástico com vedação hermética e mantido em temperatura constante de $37 \pm 2^{\circ}$ C e $95 \pm 5\%$ de umidade relativa do ar, no interior de uma estufa (Olidef, Ind. e Com. Aparelhos Hospitalares, Ribeirão Preto, SP, Brasil), até o final do teste. Decorridos 150 ± 10 s do início da mistura, uma agulha tipo Gillmore de $100 \pm 0,5$ g e ponta ativa de $2 \pm 0,1$ mm foi deslocada verticalmente sobre a superfície horizontal do material. A colocação da agulha sobre o material foi repetida a intervalos regulares de 60 s até que não provocasse mais indentações no cimento testado, estabelecendo o tempo de endurecimento.

Para avaliação do escoamento, uma seringa Luer de vidro de 3 ml foi adaptada e preenchida com 0,5 ml da mistura de cada um dos cimentos analisados e disposto no centro de uma placa de vidro, lisa, com dimensões de 10 x 10 cm. Decorridos 180 ± 5 s do início da mistura,

colocou-se uma segunda placa de mesmas dimensões sobre o cimento e, finalmente, sobre esta última, um peso adicional, perfazendo um total de 120 gramas. O peso adicional foi removido, depois de 10 minutos do início da espatulação e medidos, com auxílio de paquímetro digital (Digimess, Shiko, China), os diâmetros menores e maiores dos discos formados pelos cimentos. O mesmo procedimento foi realizado para cada um dos cimentos envolvidos no estudo.

Para avaliação da solubilidade foram utilizados moldes de teflon (DuPont, Knivsta, Suíça) circulares, com 1,5 mm de espessura e 7,75 mm de diâmetro interno, para cada cimento. Os moldes foram colocados sobre uma fina lâmina de celofane sustentada por uma placa de vidro de 40 x 80 x 5 mm. Cada um dos cimentos a serem testados foram manipulados e colocados dentro dos moldes. A seguir, foi inserido um fio de nylon impermeável de diâmetro de aproximadamente 0,5 mm na massa do cimento amolecido. Posteriormente, foi colocada outra placa de vidro, de dimensões iguais à daquela colocada sob o cimento, envolta por lâmina de celofane, sobre o molde preenchido de material. Sobre esse conjunto, colocou-se um peso de 100 g. O conjunto foi mantido em estufa, com temperatura de $37 \pm 2^{\circ}$ C e umidade relativa do ar de $95 \pm 5\%$. Após intervalo de tempo três vezes maior ao de endurecimento de cada cimento, previamente determinado, as amostras foram removidas do molde e retirados quaisquer resíduos ou partículas soltas. Realizou-se a pesagem, arredondando para os 0,001 g mais próximos, em balança de precisão de 0,0001 g (Ohaus Corporation, New Jersey, NJ, Estados Unidos). Os corpos de prova foram suspensos, dois a dois, por meio da fixação dos fios de nylon no interior de recipientes plásticos com tampa contendo 7,5 ml de água destilada e deionizada, não permitindo o contato entre os corpos de prova e a superfície interna do recipiente. Este recipiente foi fechado e levado para estufa a $37 \pm 2^{\circ}$ C, onde permaneceu por 24 horas. Decorrido esse prazo, as amostras foram removidas, enxaguadas com água destilada e deionizada e retirados os excessos com a ajuda de lenço de papel absorvente. As amostras foram mantidas no desumidificador por 24 horas e depois retirada para a segunda pesagem, aproximando-se novamente para os 0,001 g mais próximos. A perda de massa de cada amostra foi anotada e expressa como a porcentagem da massa original do material. Essa perda consiste na solubilidade do material testado. A média de cinco repetições foi considerada, aproximada

para os 0,01 percentuais mais próximos, como sendo a solubilidade do cimento estudado.

Para análise da alteração dimensional, foram confeccionados moldes de teflon (DuPont, Knivsta, Suíça) cilíndricos de 3,57 mm de altura x 3,0 mm de diâmetro. Os moldes foram colocados sobre uma placa de vidro, de 26 mm de largura x 75 mm de comprimento e 1,5 mm de espessura, cobertos com papel celofane e fixados àquela com cera utilidade. Os moldes foram preenchidos com os cimentos em estudo e, em seguida, colocados sobre eles uma lâmina de microscópio, também coberta com papel celofane, fazendo-se uma leve pressão. O conjunto foi mantido nessa posição com o auxílio de um grampo em forma de C. Após 5 min do início da espatulação, o conjunto foi levado à estufa a 37°C e 95% de umidade relativa, durante um intervalo de tempo correspondente a três vezes o tempo de endurecimento de cada cimento testado. Depois desse período, as superfícies das amostras foram lixadas, sob irrigação de água destilada, e removidas dos moldes. Seus comprimentos foram medidos com auxílio de paquímetro digital (Digimess, Shiko, China), obtendo-se, assim, o comprimento inicial. As amostras dos cimentos foram colocadas em recipientes plásticos contendo 2,24 ml de água destilada e deionizada. Depois de fechados, os recipientes foram levados à estufa, a 37°C e 95% de umidade, durante um período de

30 dias. Após este intervalo de tempo, as amostras foram removidas dos recipientes, secas com papel absorvente e novamente medidos seus comprimentos com o auxílio de paquímetro digital (Digimess, Shiko, China), obtendo-se, desse modo, o comprimento final das amostras. A estabilidade dimensional dos cimentos foi calculada utilizando-se o cálculo comprimento do corpo de prova após 30 dias imerso em água destilada e deionizada menos o comprimento inicial do corpo de prova dividido pelo comprimento inicial do corpo de prova e expresso em porcentagem.

Para a análise estatística dos dados coletados foi utilizado o software estatístico SPSS, em sua versão 26. Com o qual foram realizadas análises não paramétricas comparativas entre grupos com amostras pequenas. Para tanto, inicialmente, buscou-se conhecer a normalidade da distribuição amostral e, em seguida, calculou-se ANOVA Kruskal-Wallis para comparação dos quatro grupos, seguida de testes de Mann-Whitney para comparação de dois grupos. Levando em consideração o nível de significância estatística $p < 0,05$.

RESULTADOS

Os resultados foram obtidos a partir da média de cinco repetições de cada experimento, conforme Tabela 1.

Tabela 1 - Média das propriedades físico-químicas de cada cimento nas repetições

	Endofill	Grosmann	Endomethasone N
	Média (DP)	Média (DP)	Média (DP)
Tempo de presa (min) (valor referência < 10% estipulado pelo fabricante)	11,35 (0,51)	15,30 (0,49)	60,45 (0,67)
Escoamento (mm) (valor referência 20mm)	46,62 (1,13)	31,71 (0,35)	22,85 (0,57)
Solubilidade (%) (valor referência não exceder > 3%)	4,16 (0,31)	7,24 (0,37)	2,06 (0,21)
Alt. Dimensional (%) (valor referência não encolher > 1% ou expandir > 0,1%)	-2,59 (0,19)	-1,74 (0,25)	1,26 (0,14)

DP = desvio padrão

DISCUSSÃO

De acordo com resultados encontrados nenhum dos cimentos testados atendeu às recomendações da Especificação 57 da ANSI/ADA para as propriedades físico-químicas testadas.

A Especificação 57 da ANSI/ADA (2000) determina que um cimento obturador de canal

radicular não deve ter o tempo de endurecimento superior a 10% daquele determinado pelo fabricante. Nenhum cimento utilizado apresentou em bula valores de referência para comparar com a pesquisa. Os cimentos à base de óxido de zinco e eugenol analisados apresentaram tempo de endurecimento elevados, porém

considerados dentro dos limites aceitáveis dentro da prática clínica⁷⁻⁹. Estudo anterior sugere que os radiopacificadores do cimento Endomethasone N (óxido de chumbo e subnitrito de bismuto) podem ser responsáveis pelo seu maior tempo de endurecimento, uma vez que esses agentes de radiopacificação apresentam baixa solubilidade em água⁶. Tempo de presa prolongado comprometem resultados clínicos, pois podem permitir maior contato nos tecidos periapicais de componentes relacionados com irritação periapical¹⁰.

Em relação ao escoamento, todos os cimentos analisados apresentaram discordância do valor estabelecido de 25mm, preconizado pela ANSI/ADA, esta discordância pode gerar dificuldade no selamento tridimensional necessário na etapa de obturação dos canais radiculares^{8,11,12}. Alteração no escoamento é influenciada pelo tamanho das partículas e tempo de presa, desta forma o tempo de endurecimento elevado encontrado nesta pesquisa favorece influencia no maior escoamento¹³.

A normatização da ANSI/ADA determina que a solubilidade não pode exceder 3% em massa. No presente estudo, os cimentos endodônticos Endofill e Grossmann, excedem o valor determinado, corroborando com estudo prévio, que afirma o limite superior de solubilidade do Endofill em relação às normas internacionais¹², estudo anterior sugere que elevada solubilidade possa ser decorrente da liberação contínua de eugenol¹⁵. Apenas o cimento Endomethasone N obteve resultado positivo ao desejado, estando de acordo com as especificações da ANSI/ADA^{5,9}.

Em relação à alteração dimensional, para não provocar perda de adaptação marginal e consequente contaminação bacteriana, os cimentos não devem apresentar encolhimento superior a 1% ou expansão de 0,1%. Nessa pesquisa, os cimentos Grossman e Endofill obtiveram resultado com encolhimento maior que o aceitável e o cimento endodôntico Endomethasone N apresentou expansão superior à normatização nesta análise. Estas informações corroboram com resultados de estudo similar prévio⁵, que afirmou que os cimento endodônticos à base de óxido de zinco e eugenol apresentaram valores inaceitáveis pela ANSI/ADA na avaliação da alteração dimensional¹⁵.

Desta forma, observa-se que todos os cimentos se apresentam fora das normatizações relativas às propriedades físico químicas estabelecidas pela norma número 57 da ANSI/ADA.

CONCLUSÃO

Os cimentos Endofill, Endomethasone N e cimento de Grossman não cumpriram todas as especificações da ANSI/ADA, em relação ao tempo de endurecimento, escoamento, solubilidade e alteração dimensional.

ORCID

Gabriela Alves de Santana Castro  <https://orcid.org/0000-0003-1602-8748>

Malena Ana da Silva Morais  <https://orcid.org/0000-0002-9826-9491>

Carlos Alberto Monteiro Falcão  <https://orcid.org/0000-0001-7787-0280>

Luciana Reinaldo Lima  <https://orcid.org/0000-0002-5651-1243>

Maria Ângela Arêa Leão Ferraz  <https://orcid.org/0000-0001-5660-0222>

REFERÊNCIAS

1. Silva RV, Silveira FF, Horta MCR, Duarte MAH, Cavenago BC, Morais IG, et al. Filling effectiveness and dentinal penetration of endodontic sealers: a stereo and confocal laser scanning microscopy study. *Braz Dent J.* 2015;26(5):541-6.
2. Orstavik D. Materials used for root canal obturation: technical, biological and clinical testing. *Endod Topics.* 2005;12(1):25-38.
3. Li GH, Niu LN, Zhang W, Olsen M, De-Deus G, Eid AA, et al. Ability of new obturation materials to improve the seal of the root canal system: a review. *Acta Biomater.* 2014;10(3):1050-63.
4. ANSI/ADA. Specification n. 57. Endodontic Sealing Material. Chicago, EUA, 2000.
5. Carvalho-Junior JR, Correr-Sobrinho L, Correr AB, Sinhorette MAC, 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.
6. Marín-Bauza GA, Silva-Sousa YTC, Cunha SA, Rached-Junior FJA, 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.
7. Fidel RAS, Graneiro RDP, Reis LC, Nascimento VDMA, Fidel SR. Setting times of some zinc oxide and eugenol based endodontic sealers. *RSBO.* 2008;5(2):20-8.
8. Stankiewicz A, Colombelli CM, Gonçalves TS, Fortes CBB, Munerato MC, Samuel SMW.

- Evaluation of zinc oxide-isoeugenol cement properties. R Fac. 2000; 42(2):14-20.
9. Marin-Baúza GA, Rached-Júnios FJ, Sousa-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.
 10. Silva E, JNLD, Santos CC, Zaia AA. Long-term cytotoxic effects of contemporary root canal sealers. J Appl Oral Sci. 2013;21(1):43-7.
 11. Alonso FS, Gomes CC, Freitas LF, Gomes IC, Pinto SS, Penina P. Análise comparativa do escoamento de dois cimentos endodônticos: Endofill e AH plus. Rev Odontol. 2005;7(1): 48-54.
 12. Scelza MFZ, Scelza P, Costa RF, Câmara A. Comparative study the physical of flow, solubility and disintegration of some root canal sealers. Pesqui Bras Odontopediatria Clin Integr. 2006; 6 (3):243-7.
 13. Versiani MA, Rached-Junior FJA, Kishen A, Pécora JD, Silva-Sousa YT, Sousa-Neto MD. Zinc oxide nanoparticles enhance physicochemical characteristics of Grossman sealer. J Endod. 2016;42(12):1804-10.
 14. Wilson AD, Batchelor RF. Zinc oxide-eugenol cements: II. Study of erosion and disintegration. J Dent Res. 1970;49(3):593-8.
 15. Sousa-Neto MD, Pécora DJ. Effect of diferente grades of gum rosins and hydrogenated resins on the solubility, desintegration, and dimensional alterations of grossman cement. J Endod. 1999;25(7):477-80.

Physicochemical properties of zinc oxide and eugenol endodontic cements

Aim: To analyze the physical-chemical properties, flow, setting time, solubility and dimensional change of endodontic cements, based on zinc oxide and eugenol: Endomethasone N, Endo fill, and Grosman, according to specification number 57 of the American Dental Association.

Methods: The tests were conducted under environmental conditions of $23^{\circ} \pm 2^{\circ}\text{C}$ and $50 \pm 5\%$ relative air humidity, maintained for 48 h prior to the procedures, repeating five times and obtaining an arithmetic mean.

Results: The cements based on zinc oxide and eugenol analyzed in this study showed high hardening times. For the flow test, Endo fill and Grossman were above the established parameters. Regarding solubility, Endomethasone N was within the standard, while the other cements exceeded this standard.

Conclusion: All analyzed cements obtained values that proved to be different from those recommended for dimensional changes. None of the cements were completely compliant with the regulations.

Uniterms: Dentistry. Physical and chemical properties. Dental research.