



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA

FERNANDA MARIA MAZONI DOS REIS

**AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS DE MATERIAIS
OBTURADORES DE DENTES DECÍDUOS**

**EVALUATION OF PHYSICOCHEMICAL PROPERTIES OF FILLING
MATERIALS FOR PRIMARY TEETH**

Piracicaba

2016



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA

FERNANDA MARIA MAZONI DOS REIS

**AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS DE MATERIAIS
OBTURADORES DE DENTES DECÍDUOS**

**EVALUATION OF PHYSICOCHEMICAL PROPERTIES OF FILLING
MATERIALS FOR PRIMARY TEETH**

Dissertação apresentada à Faculdade de Odontologia de Piracicaba da Universidade Estadual de Campinas como parte dos requisitos exigidos para a obtenção do título de Mestra em Odontologia na área de Odontopediatria

Dissertation presented to the Piracicaba Dental School of the University of Campinas in partial fulfillment of the requirement for the degree of Master Dentistry in Pediatric Dentistry Area

Orientador(a): Prof.^a Dr.^a Fernanda Miori Pascon

Este exemplar corresponde à versão final da dissertação defendida pela aluna, e orientada pela Prof.^a Dr.^a Fernanda Miori Pascon

Piracicaba

2016

FICHA CATALOGRÁFICA

Agência(s) de fomento e nº(s) de processo(s): Não se aplica.

Ficha catalográfica
Universidade Estadual de Campinas
Biblioteca da Faculdade de Odontologia de Piracicaba
Marilene Girello - CRB 8/6159

R277a Reis, Fernanda Maria Mazoni dos, 1991-
Avaliação das propriedades físico-químicas de materiais obturadores de dentes decíduos / Fernanda Maria Mazoni dos Reis. – Piracicaba, SP : [s.n.], 2016.

Orientador: Fernanda Miori Pascon.
Dissertação (mestrado) – Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Odontologia de Piracicaba.

1. Endodontia. 2. Dentes decíduos. 3. Materiais restauradores do canal radicular. 4. Propriedades físicas e químicas. I. Pascon, Fernanda Miori, 1977-. II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Odontologia de Piracicaba. III. Título.

Informações para Biblioteca Digital

Título em outro idioma: Evaluation of physicochemical properties of filling materials for primary teeth

Palavras-chave em inglês:

Endodontics

Deciduous tooth

Root canal filling materials

Physical and chemical properties

Área de concentração: Odontopediatria

Titulação: Mestra em Odontologia

Banca examinadora:

Fernanda Miori Pascon [Orientador]

Maria Beatriz Duarte Gavião

Francisco Wanderley Garcia de Paula e Silva

Data de defesa: 26-02-2016

Programa de Pós-Graduação: Odontologia

FOLHA DE APROVAÇÃO



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
Faculdade de Odontologia de Piracicaba



A Comissão Julgadora dos trabalhos de Defesa de Dissertação de Mestrado, em sessão pública realizada em 26 de Fevereiro de 2016, considerou a candidata FERNANDA MARIA MAZONI DOS REIS aprovada.

PROF^a. DR^a. FERNANDA MIORI PASCON

PROF. DR. FRANCISCO WANDERLEY GARCIA DE PAULA E SILVA

PROF^a. DR^a. MARIA BEATRIZ DUARTE GAVIÃO

A Ata da defesa com as respectivas assinaturas dos membros encontra-se no processo de vida acadêmica do aluno.

DEDICATÓRIA

*A **Deus** que sempre esteve comigo, iluminando meu caminho e dando-me sabedoria, coragem, alento e forças para sempre seguir em frente.*

*Aos meus amados pais, **Angela** e **Fernando** por serem sempre meu porto seguro, meu maior exemplo, por me amarem cegamente e por terem acreditado sempre em mim mesmo quando nem eu acreditava.*

AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

*À minha orientadora, Prof^a Dr^a **Fernanda Miori Pascon**, pela oportunidade do estudo científico e confiança, me auxiliando sempre com amabilidade, gentileza e paciência durante todos esses anos. Por dispor do seu tempo, muitas vezes destinado a sua família, para me orientar. Obrigada pela amizade, compreensão e por compartilhar de seu conhecimento e valores comigo. Se hoje em dia eu estou onde estou é por conta da senhora! A senhora me mostrou o que é odontologia de verdade e aflorou em mim a paixão pela Odontopediatria. Nunca poderei ser mais grata!*

AGRADECIMENTOS

Ao Magnífico Reitor da Universidade Estadual de Campinas, Prof. Dr. José Tadeu Jorge.

À Faculdade de Odontologia de Piracicaba, na pessoa do seu diretor, Prof. Dr. Guilherme Elias Pessanha Henriques.

À Profª Drª Cinthia Pereira Machado Tabchoury, coordenadora dos cursos de Pós-Graduação da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, da Universidade Estadual de Campinas, por ser um exemplo de profissional.

À Profª Drª Juliana Trindade Clemente Napimoga, coordenadora do curso de Pós-Graduação em Odontologia da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, da Universidade Estadual de Campinas, pela atenção, disponibilidade e amabilidade.

Ao Departamento de Odontologia Infantil, pela permissão da realização desta pesquisa e realização deste sonho.

Às professoras da Área de Odontopediatria, Profª Drª Marinês Nobre dos Santos Uchôa, Profª Drª Regina, Maria Puppini Rontani Profª Drª Maria Beatriz Gavião, Profª Drª Carolina Steiner Oliveira Alarcon e Profª Drª Fernanda Miori Pascon. Obrigada por todos os ensinamentos, pelo apoio, pelo dia-a-dia e pelo bom convívio.

Ao Departamento de Diagnóstico Oral e Ciências Fisiológicas, por me acolherem em seus laboratórios para a realização desse trabalho.

À profª Drª Cinthia Pereira Machado Tabchoury, obrigada pela incrível ajuda nessa pesquisa, pela paciência em me orientar e pela sua disponibilidade. Muito Obrigada por tudo!

À profª Drª Deborah França, obrigada por todo o apoio e ajuda nessa pesquisa, a senhora sempre foi muito solícita com as minhas coisas, me acompanhou em cada passo das análises, me orientado sempre com muita boa vontade gentileza.

Karla Rovaris, não existem palavras de gratidão no mundo que eu possa usar para agradecer o que você fez por mim. Sem sua ajuda essa pesquisa não teria sido a mesma. Muito obrigada!

Ao Instituto de Biologia da Universidade Estadual de Campinas por permitir o uso de seus equipamentos em minha pesquisa, em especial a Emerielle e a Fabiana por disporem do seu

tempo para me auxiliar durante as análises no Micro-CT sempre com muita paciência e boa vontade.

*A todos os **professores** desta Faculdade por contribuírem com minha formação profissional e a todos os **funcionários** pela convivência diária e carinho, em especial:*

*À Prof^{ta} Dr^a **Carolina Steiner Oliveira Alarcon**, Prof. Dr. **Matheus Oliveira** e Prof. Dr. **Américo Bortolazzo Correr**, pela leitura e sugestões apresentadas na qualificação deste trabalho.*

*Ao funcionário do laboratório de Odontopediatria da FOP-Unicamp, **Marcelo** pela ajuda, amizade, conversas e bobearias.*

*À **Shirley**, secretária do departamento de Odontologia Infantil, pela amizade, atenção, dedicação e disponibilidade.*

*À **Sara**, secretária da Clínica de Radiologia, pela amizade e por todo o carinho.*

Aos amigos da Área de Odontopediatria:

***Daniela Cibim**, obrigada por tudo durante esses anos todos, desde a graduação até agora. Você sempre foi um anjo para mim, uma voz amiga, um abraço carinhoso cheio de compreensão. Ainda bem que tenho você do meu lado!*

***Aline Laignier**, obrigada por estar sempre do meu lado me ajudando em todos os momentos, seja em momentos de avaliações, durante as análises ou para sempre me dizer quando eu estou sendo uma tonta. Você é a voz da minha consciência, amiga.*

***Kelly Scudine**, obrigada por ser essa pessoa doce que você é, por me ajudar a crescer profissionalmente, você foi a dupla de clínica perfeita, o que eu precisava. Obrigada pelas risadas e pelas bobearias. Foram dois anos maravilhosos!*

***Aline Pedroni**, obrigada pelas risadas, pela animação e por sempre topa ir às festas loucas comigo. Jamais vou esquecer o que vivemos!*

***Micaela Cardoso**, obrigada pela sua amizade e animação. Obrigada pelas conversas, pelos nossos consumismos, mas acima de tudo, **MUITO OBRIGADA** por me mostrar a profissional que eu quero ser um dia. Você é um grande exemplo para mim. E lembre-se, nós sempre teremos New York,*

Darlle Araujo, obrigada pela amizade maravilhosa, por me ajudar a pensar e a seguir um caminho mais racional e correto. Obrigada por sempre me deixar chorar em seus ombros! Você foi incrível para mim e saiba que mesmo indiretamente essa minha conquista também é sua!

Lenita Lopes, obrigada pela amizade, pela paciência e pelos ensinamentos na clínica. Sou uma profissional melhor depois de lapidada por você. Obrigada pelas gentilezas e por todo o carinho.

Jossária Sousa, obrigada pela amizade, pelos momentos felizes, pelas cantorias, pelos companheirismos no laboratório, pela ajuda nas estatísticas e por sempre me colocar para cima.

Filipe Martins, obrigada por ser um exemplo de profissional e pesquisador. Obrigada pela sua amizade, pela ajuda em tudo, por seu carinho, suas risadas e por agüentar as cantorias minhas e da Jossa.

Kelly Maria e Andréia Cardoso, obrigada por sempre serem gentis e doces comigo, sempre com palavras de muita sabedoria e incentivo.

Samuel sem sua risada, tão sua, não seria a mesma coisa! Obrigada por sempre me fazer rir e por me ensinar a levar a vida de uma forma mais leve e sossegada.

Claudia Lobelli, obrigada por ser esse espírito maravilhoso e iluminado. Nunca conheci alguém como você. Obrigada por todo o carinho e amor!

Lívia Pagotto, obrigada pela sua gentileza sem fim, por muitas vezes parar o que você está fazendo para me ajudar. Pelo seu ombro amigo e pelos conselhos sempre tão sábios.

Alexandra Iwamoto, obrigada por ser sempre tão solícita, por nunca titubear em me ajudar quando me via em desespero. Obrigada pelos conselhos e por me guiar durante toda essa pesquisa. Não sei o que seria sem você!

Aos meus amigos e companheiros de casa:

Mari, obrigada pela amizade maravilhosa por ter partilhado esses dois anos comigo. Você foi uma das melhores coisas que aconteceram durante o mestrado. Deus foi muito sábio quando decidiu nos dar a oportunidade de morarmos juntas. A gente transformou aquele apartamento em um lar, com cheiro de comida quentinha e cheio de risadas soltas. Obrigada

pela companhia até altas horas, pelas conversas, conselhos e pelas besteiras. Vai doer muito ter que deixar você e nossa casinha. Foi tudo muito bom.

***Ricardo (Cabelo)**, obrigada por sua amizade e consideração. Muito obrigada pelas jantinhas deliciosas e pelos vídeos loucos e engraçados. Obrigada por me acolher prontamente como sua amiga. E apesar do episódio do xixi, foi muito bom ter tido a oportunidade de te conhecer melhor. Obrigada.*

Aos meus amigos de Graduação:

***Rafaela Costa**, obrigada por continuar sempre comigo, mesmo que distante. Sua amizade foi um presente maravilhoso de Deus para mim. Nunca vou me esquecer de tudo que vivemos juntas. Você é maravilhosa! Sinto muito a sua falta*

***Maria Clara Reginato**, obrigada pela amizade sincera, pela delicadeza, por contribuir com o lado que eu mais gosto de mim, obrigada pelas conversas inteligentes e por todo apoio durante todo esse tempo. Obrigada por me mostrar o tipo de mulher que eu sonho em ser.*

***Amanda Gomes**, obrigada por ser minha amiga e sempre ouvir minhas lamentações. Sempre compartilhando nossas dores de um jeito sempre divertido e animado. Você é um exemplo de luta e esforço.*

***Eloá Pereira**, obrigada por sempre estar do meu lado durante o mestrado, pela companhia durante as caronas, pelas conversas e por todos os conselhos.*

***Marina Faria**, obrigada pelo carinho, pela amizade sincera e pela consideração. Sua animação com a vida é contagiante e torna tudo mais colorido.*

Aos meus amados amigos de Ribeirão Preto:

*Á minha amiga e irmã de alma **Laís Arita**, pela amizade incondicional, por me apoiar em todas as decisões da minha vida e por ser um exemplo de integridade e esforço. Minha melhor amiga e meu maior orgulho!*

*Ao meu amigo, que mais parece um pedaço avulso de mim, **Victor Veneziano**, obrigada pela amizade mais leve e bonita que alguém pode ter nessa vida. Obrigada pelos sonhos compartilhados, pelas palavras de alento e pela compreensão absurda que você tem da minha alma.*

*Ao meu melhor amigo **Alan Assunção**, obrigada por me agüentar durante mais de 20 anos, por ser essa pessoa alegre e iluminada e com o maior coração do mundo! Você é incrível!*

*Às minhas pessoas preferidas desse mundo **Liliane Almeida** e **Rayssa Bevilaqua**, nossa amizade é uma das coisas mais maravilhosas e preciosas que eu tenho na vida. Vocês são mais que minhas irmãs. É um amor tão grande, mas tão, tão grande!*

*Ao **Fernando**, obrigada pela amizade louca, pelas risadas fáceis, pela zoeira sem fim, mas também por todo carinho e consideração que nós temos um pelo outro. Pelas conversas e confissões que só você é capaz de ouvir.*

*À **Mariana Sguilla**, obrigada pela amizade imensa de linda! Pelas comilanças na sua casa, pelas doideiras, pelas risadas em momentos inusitados e por todo amor e carinho.*

*Ao **Caio**, **Breno**, **Paulo** e **Jéssica**, pessoas que chegaram agora em minha vida, mas que ocupam um lugar muito grande no meu coração. Sou muito grata por todos os momentos insanos de bebedeira e risadas, pelas conversas nerds, pelas companhias em óperas, histórias de Harry Potter, episódios de Grey's Anatomy e ouvindo Lana Del Rey*

À minha família:

*À minha amada avó, **Therezinha**, por ser sempre amorosa, companheira e um exemplo de vida. Pelos momentos doces nos finais de semanas que sempre me pacificam e me faz feliz.*

*À minha irmã, **Stefania**, por me ensinar a ser mais forte, convicta e madura. Por me ajudar a crescer e a me tornar a pessoa que sou hoje. Sua admiração me faz querer ser a pessoa que você me enxerga.*

*Aos meus tios **Inocêncio** e **Eliana**, por sempre cuidarem de mim, zelarem pelo meu bem estar e pelas orações. Obrigada por todo o amor e carinho*

*A minha priminha **Laís**, obrigada pelo seu amor e carinho, pela sua risada gostosa e os momentos de diversão, mas acima de tudo muito obrigada por me lembrar da minha criança interior e de o quanto sou sortuda de te ter como prima.*

*A todos os meus **tios** e **primos** em São Simão, obrigada por entenderem a minha ausência e por sempre se lembrarem de mim em todos os momentos da vida. Vocês representam aquilo o que é melhor e mais precioso no mundo: Família. Eu amo muito todos vocês*

*Aos meus pais, **Fernando** e **Angela** por todo o amor incondicional, por colocarem suas prioridades em segundo plano e pensarem somente em mim e na Ste, em nossa felicidade. Vocês acreditaram em meu potencial, tornando esse momento possível, investindo em minha educação sem titubear. Obrigada por serem exatamente como são, por me lembrarem de quem sou e de onde pertenço. Obrigada por representarem um lar, o lugar pra onde sempre posso voltar. Obrigada por serem meu conforto e amparo, por serem os sábios que tiram minhas dúvidas e acalmam meu coração. É de vocês essa conquista, esse é o reflexo dos sonhos que vocês projetaram em mim, de todo esforço e amor investidos. Obrigada*

RESUMO

Materiais obturadores devem apresentar propriedades físico-químicas ideais para auxiliar o sucesso do tratamento endodôntico. Entretanto, não há consenso na literatura sobre qual material seria o ideal para dentes decíduos. O objetivo neste estudo foi comparar as propriedades físico-químicas de materiais utilizados como curativos de demora e/ou obturadores convencionais e associações destes. Os materiais estudados foram: Calen[®], Calen[®] associado ao iodofórmio, Calen[®] associado ao óxido de zinco (ZnO), óxido de zinco e eugenol (OZE), UltraCal[®]XS, Vitapex[®] e associação de digluconato de clorexidina 2%, hidróxido de cálcio [Ca(OH)₂] e ZnO. Avaliou-se o escoamento horizontal, radiopacidade, solubilidade e liberação de íons hidroxila (OH⁻) e cálcio (Ca²⁺). Para o escoamento, materiais foram manipulados e 0,05 ml de cada material foram transferidos para seringas plásticas, colocados sobre placas de vidro e pressionados. Após 7 minutos, os diâmetros (maior e menor) foram mensurados (em mm) utilizando paquímetro digital. As análises foram realizadas em triplicata e calculou-se a média. Foram selecionados e preparados endodonticamente 168 dentes bovinos decíduos e distribuídos em 7 grupos experimentais (materiais obturadores) e grupo controle (sem material obturador), de acordo com as análises da radiopacidade (n=5), solubilidade (n=5), liberação de OH⁻ (n=8) e liberação de Ca²⁺ (n=8). Para a avaliação da radiopacidade, imagens radiográficas digitais foram avaliadas de acordo com tons de cinza em uma escala de alumínio (Al), antes e após a solubilização em água por 5 dias. Para a análise da solubilidade, mensurou-se o volume de material (mm³) presente nos dentes, antes e após a solubilização em água por 5 dias, utilizando-se Micro-CT. Para a liberação de (OH⁻) (escala de pH) e Ca²⁺ (µg/mL), os espécimes foram imersos em água e as soluções foram avaliadas em 1h, 1, 2, 3, 5, 7, 15 e 30 dias. Os resultados foram submetidos ao teste de normalidade Shapiro-Wilk (α=5%). Para o escoamento horizontal, radiopacidade e solubilidade os resultados foram submetidos à ANOVA um critério, teste de Tukey e teste t pareado para comparação entre antes e após solubilização (α=5%). Para a liberação de OH⁻ e Ca²⁺ utilizou-se ANOVA dois critérios e teste de Tukey (α=5%). Quanto ao escoamento horizontal, a pasta Calen[®] apresentou os maiores valores (21,79mm) (p>0,05). Quanto à solubilidade, Calen[®]+ZnO (0,14mm³), digluconato de clorexidina 2%+ Ca(OH)₂+ZO (0,54mm³) e Vitapex[®] (0,15mm³) foram as que apresentaram menor perda de material via forame apical (p>0,05). Para radiopacidade, o material mais radiopaco antes (107,94 mmAl) e após (65,82 mmAl) a solubilização foi Calen[®]+iodofórmio (p>0,05). Calen[®] apresentou maior alcalinidade durante todo o tempo do estudo, seguida da Calen[®]+ZnO, que não apresentou

diferença significativa da Calen[®] durante os 4 primeiros tempos e manteve o mesmo padrão de liberação de (OH⁻) que os demais materiais ($p>0,05$). Quanto à liberação de Ca²⁺, Calen[®] foi a que liberou mais íons durante todo o período do estudo, seguida da Calen[®]+ZnO e Calen[®]+iodofórmio, que não apresentaram diferença estatística entre si ($p>0,05$). De acordo com os resultados obtidos, pode-se concluir que o material obturador que apresenta maior quantidade de propriedades desejáveis para materiais obturadores de dentes decíduos foi a Calen[®] associada ao ZnO.

Palavras-chaves: Endodontia, Dente Decíduo, Materiais restauradores do canal radicular, Propriedades físicas e químicas

ABSTRACT

Filling materials should present ideal physicochemical properties to aid the success of endodontic treatment. However, there is no consensus in the literature about what ideal material should be used in primary teeth. The objective of this study was to compare the physical and chemical properties of intracanal medication materials, conventional fillings and associations among them. The materials studied were: Calen[®], Calen[®] associated with iodoform, Calen[®] associated to zinc oxide, zinc oxide and eugenol, UltraCal[®]XS, Vitapex[®] and 2%, chlorhexidine digluconate in association of calcium hydroxide [Ca(OH)₂] and zinc oxide. Were evaluated the horizontal flow, radiopacity, solubility, hydroxyl (OH⁻) and calcium (Ca²⁺) ions release. For horizontal flow test, the materials were handled and after 3 minutes, 0.05 ml of each material were transferred to plastic syringes, placed on glass plates and pressed. After 7 minutes, the diameters (major and minor) were measured (in mm) using a digital calipers. The analyzes were performed in triplicate and averaged. Were selected and prepared endodontically 168 bovine primary teeth, which were divided into 7 experimental groups (filling materials) and a control group (without filling material), according to the analysis of radiopacity (n=5), solubility (n=5), (OH⁻) ions release (n = 8) and (Ca²⁺) ions release (n = 8). To evaluate the radiopacity, digital radiographic images were evaluated according to the image's shades of gray on an aluminum step wedge (Al). The analysis of solubility was done by measuring the volume of material present on the teeth before and after immersion in water for 168 hours using micro-CT images. For the (OH⁻) and (Ca²⁺) ions release, the specimens were immersed in water and the solutions were evaluated at 1, 1, 2, 3, 5, 7, 15 and 30 days. The results were submitted to the Shapiro-Wilk normality tests. For horizontal flow tests, radiopacity and solubility results were submitted to a one-way ANOVA, Tukey and paired t-tests to compare the results before and after solubilization ($\alpha=5\%$). For the (OH⁻) and (Ca²⁺) ions release was performed two-way ANOVA and Tukey tests ($\alpha=5\%$). For the horizontal flow, Calen[®] presented the highest value (21.79mm) ($p>0.05$). As solubility, Calen[®] + zinc oxide (0.14mm³), 2% chlorhexidine gluconate + ZnO + Ca (OH)₂ (0.54mm³) and Vitapex[®] (0.15mm³) showed the less material loss via apical foramen ($p>0.05$). In the radiopacity test, Calen[®] + Iodoform showed the highest results before (107.94 mmAl) and after (65.82 mmAl) solubility ($p>0.05$). About the (OH⁻) ions release, Calen[®] showed higher alkalinity throughout the study period, followed by Calen[®] + zinc oxide, which showed no significant difference Calen[®] during the first four study times and remained presenting the same standard of (OH⁻) ions release than other materials. For the test of (Ca²⁺) ions release, the Calen[®] paste was that released more calcium ions throughout all the study period,

followed by Calen[®] + zinc oxide and Calen[®] + iodoform, which showed no statistical difference among them ($p>0.05$). According to the results obtained, it can be concluded that, the filling material that showed the highest amount of desirable properties for deciduous teeth shutters materials was Calen[®] associated with the Zinc Oxide.

Key-words: Endodontics, deciduos tooth, root canal filling materials, physical and chemical properties.

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	18
2 ARTIGO: EVALUATION OF PHYSICOCHEMICAL PROPERTIES OF FILLING MATERIALS FOR PRIMARY TEETH. A COMPARATIVE STUDY	22
3 CONCLUSÃO	46
REFERÊNCIAS	47
APÊNDICE 1 - Figuras ilustrativas com a descrição da metodologia empregada no estudo	50

1 INTRODUÇÃO

A Odontopediatria tem como principal objetivo a manutenção da dentição decídua em condições funcionais nos arcos dentários até o período de esfoliação fisiológica (Hobson, 1970; Cunha et al., 2005; Antoniazzi et al., 2015). Nos países em desenvolvimento, como o Brasil, a cárie dentária permanece como um dos problemas mais prevalentes de saúde pública, especialmente em crianças (Lemos et al., 2014). Apesar da diminuição da prevalência da doença cárie, 56% das crianças possuem experiência com a doença (SB-Brasil, 2010) e ainda são detectadas necessidades de terapia endodôntica em dentes decíduos, uma vez que lesões de cárie extensas podem afetar tecidos pulpares, tornando a manutenção destes no arco dependente de tratamento endodôntico (Imparato et al., 2012).

O tratamento endodôntico evita exodontias desnecessárias e possibilita a permanência do dente decíduo na cavidade bucal, tornando-se assim a opção mais favorável quando não há comprometimento da cripta do germe do dente permanente, quando há possibilidade de restauração do dente, quando o paciente não apresentar febre, qualquer tipo de doença da infância, doença renal crônica, cardiopatias, discrasias sanguíneas, tumores malignos, diabetes não controlada e estomatite herpética (Kramer et al., 2000). O tratamento endodôntico em dentes decíduos é descrito como complexo devido à certas características, como topografia dos canais radiculares, relação com estruturas adjacentes, ciclo biológico do dente decíduo, e etiologia da complicação pulpar, pois em casos de necrose, pelo menos $\frac{3}{4}$ da dentina radicular encontra-se infectada (Hobson, 1970; Barr et al., 1999; Cunha et al., 2005; Silva et al., 2006; Cleghorn et al., 2012; Pramila et al., 2015). Sendo assim, o tratamento dos canais radiculares consiste no debridamento mecânico, desinfecção, ampliação e limpeza dos canais utilizando-se substâncias químicas auxiliares e um material obturador adequado (Harini Priya et al., 2010; Barja-Fidalgo et al., 2011, Crespo, 2011; Domingues, 2013; AAPD, 2015/2016; Antoniazzi et al., 2015).

Os materiais obturadores utilizados na terapia pulpar de dentes decíduos devem ser biocompatíveis e apresentar propriedades físico-químicas desejáveis como: reabsorção compatível com a reabsorção fisiológica do dente decíduo, não ser tóxico e não causar malefícios ao periápice e ao germe do dente permanente (Gambarini et al., 2003, Cunha et al., 2005, Rewal et al., 2015). Deve também ser radiopaco em relação às estruturas adjacentes, anti-séptico, apresentar bom escoamento, boa aderência às paredes do canal radicular, tornar o ambiente hermético, ser facilmente inserido e removido, se necessário, não ser solúvel em

água, não causar alteração da cor dentária, visando assim à eliminação da infecção, o aumento da permeabilidade dentinária e a manutenção da assepsia dos canais (Leal, 1998; Silva et al., 2010; Gupta et al., 2011).

Há no mercado diversos tipos de materiais obturadores de dentes decíduos, sendo mais comumente utilizados os materiais à base de óxido de zinco e eugenol (OZE), hidróxido de cálcio $[\text{Ca}(\text{OH})_2]$ e iodofórmio. Materiais à base de OZE são utilizados desde 1936, e apesar de altas taxas de sucesso, estes materiais não são considerados biocompatíveis, pois causam reação inflamatória nos tecidos periapicais e produzem reabsorção radicular lenta, podendo assim lesar o dente sucessor permanente. Dessa forma, esses materiais vem sendo substituídos por materiais à base de hidróxido de cálcio (Mortazavi e Mesbahi, 2004; Cunha et al., 2005; Trairatvorakul e Chunlasikaiwan, 2008; Barja-Fidalgo et al., 2011; Marín-Bauza et al., 2012; Antoniazzi et al., 2015).

Os materiais à base de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ possuem a capacidade de se dissociarem em íons hidroxila (OH^-) e cálcio (Ca^{2+}) (Athanassiadis et al., 2007; Ximenes et al., 2012). Os íons hidroxila conferem um pH extremamente alcalino (aproximadamente 12,5–12,8), que além de ser inviável para a sobrevivência bacteriana, ainda causa um efeito benéfico ao inibir a ação de células clásticas na superfície da raiz quando em situação de infecção e resposta inflamatória, criando assim um meio que favorece o reparo tecidual. Os íons (Ca^{2+}), quando abundantes, participam da ativação da enzima cálcio-dependente adenosina trifosfatase, responsável pelo processo de mineralização, o que auxilia na reparação tecidual e na estimulação da formação óssea periapical (Safavi e Nichols, 1994; Estrela et al., 1999; Athanassiadis et al., 2007; Ximenes et al., 2012).

Os materiais a base de $\text{Ca}(\text{OH})_2$, em meio viscoso ou oleoso, apresentam baixa solubilidade em água, o que é uma característica desejável, uma vez que se necessita de um longo tempo para ser dissolvido, e assim não causar danos quando em contato com os tecidos apicais (Siqueira e Lopes, 1999; Pacios et al., 2003; Athanassiadis et al., 2007; Signoretti et al., 2011; Gandolfi et al., 2012).

Apesar de suas boas propriedades citadas anteriormente, estes materiais sozinhos apresentam propriedades desfavoráveis, como baixas radiopacidade e alta permeabilidade tecidual (Cunha et al., 2005; Faria et al., 2005; Queiroz et al., 2009; Silva et al., 2010). Dessa forma, para se obter um melhor resultado, podem ser utilizadas associações desse material com o iodofórmio e/ou óxido de zinco e/ou clorexidina (Siqueira e Pacios et al., 2003; Silva et al., 2010; Pramila et al., 2015). Compostos iodoformados possuem características desejáveis como a facilidade de inserção, rápida reabsorção quando extravasado, substituição do tecido

de granulação por tecido reparador e ausência de efeitos desfavoráveis nos dentes sucessores (Cunha et al., 2005).

A clorexidina é uma bisguanida hidrofóbica carregada positivamente e uma molécula lipofílica, muito utilizada no tratamento endodôntico de dentes permanentes como medicação intracanal ou solução irrigadora (Athanassiadis et al., 2007; Reddy et al., 2007). Apresenta alta substantividade, o que significa que seu potencial de ação permanece por longos períodos do tempo (aproximadamente 12 semanas) no canal radicular. Em forma de gel, a clorexidina, apresenta menor toxicidade aos tecidos periapicais, e como apresenta maior viscosidade, também se mantém ativa em contato com as paredes do canal radicular e dos túbulos dentinários durante grandes períodos de tempo (Athanassiadis et al., 2007; Reddy et al., 2007; Antoniazzi et al., 2015). Estudos comprovaram que a interação da clorexidina com Ca(OH)_2 pode gerar oxigênio reativo, que causa efeitos nocivos a estruturas importantes de microorganismos, como parede celular e membrana citoplasmática (Barbin et al., 2008; Barbin et al., 2013).

A associação entre Ca(OH)_2 , clorexidina a 2% e óxido de zinco (proporção 2:1:2) tem sido proposta em casos de traumatismos dentários, como medicação intracanal para apicificação em dentes jovens tratados endodonticamente, porém com o ápice radicular ainda em formação. Segundo de Jesus Soares et al. (2012), essa medicação apresenta excelente capacidade antimicrobiana, alta capacidade remineralizadora, radiopacidade, baixo custo, e a não necessária substituição periódica da medicação (de Jesus Soares et al., 2012). Assim, pressupõe-se que tal medicação poderia se tornar uma alternativa viável para obturação de dentes decíduos, uma vez que essa medicação, por ser indicada em casos de trauma, apresenta característica de reabsorção compatível com a fisiológica dental.

Um material obturador considerado eficiente deve evitar possíveis complicações e dores pós-operatórias. Dessa maneira, os materiais obturadores, associados ou não, são considerados desejáveis quando apresentam número considerável de propriedades físico-químicas, devendo ser selecionados com base em estudos e após avaliação crítica das evidências apresentadas (Schmalz, 2006). Porém, materiais obturadores para dentes decíduos não devem tomar presa, uma vez que necessitam ser reabsorvidos juntamente ao processo de rizólise do dente tratado endodonticamente, e, por consequência, também não devem apresentar alterações dimensionais, pois o preenchimento do canal radicular com o material obturador ficaria comprometido, o que resultaria possivelmente em uma recontaminação do dente (Flores et al., 2011; AAPD, 2015/2016).

Dentre as propriedades físicas, a radiopacidade apresentada pelos materiais, é uma característica importante, uma vez que o profissional deve observar radiograficamente a extensão alcançada pelo material (Tagger e Katz, 2003; de Carvalho Júnior, 2006). A capacidade de escoar permite o preenchimento de toda a extensão radicular com maior facilidade. Sendo assim, materiais que apresentam um bom escoamento possuem a capacidade de atingir as irregularidades dentinárias e possíveis canais secundários e acessórios, o que diminui a possibilidade de formação de bolhas e partes não obturadas, impedindo conseqüentemente a proliferação bacteriana e recontaminação dos canais radiculares (Baldi, 2009).

Quanto às propriedades químicas, a solubilidade, deve ser baixa, uma vez que não deve ocorrer liberação de substâncias irritantes advindas do material obturador para os tecidos adjacentes. A liberação de íons hidroxila é um fator importante, pois além de proporcionar um ambiente favorável ao reparo tecidual, ainda resulta na destruição da maioria dos microrganismos uma vez que a sobrevivência da maioria deles é inviável em pH acima de 9,5 (Estrela et al., 1999; Athanassiadis et al., 2007; Crespo, 2011; Ximenes et al., 2012).

De maneira geral, os estudos citados anteriormente avaliaram as propriedades físico-químicas de materiais frequentemente utilizados na obturação de dentes permanentes (Heithersay, 1975; Estrela et al., 1999; Tagger e Katset, 2003; Amorim et al., 2006; Baldi, 2009; Flores et al., 2011). Esses materiais são à base de OZE, policetona, resina epóxi, ionômero de vidro e Ca(OH)_2 e recentemente estão sendo comercializados cimentos à base de resina composta, fosfato de cálcio e silicones (Schmalz, 2006). Observa-se a escassez de estudos que tenham avaliado as propriedades físico-químicas de materiais obturadores utilizados em dentes decíduos e a falta de estudos de materiais experimentais. Dessa forma, considerando a importância das propriedades físico-químicas dos materiais obturadores para auxiliar no sucesso do tratamento endodôntico em dentes decíduos e a carência de estudos comparativos, tanto de materiais comumente utilizados na prática odontológica quanto de materiais experimentais, este estudo foi conduzido. Assim, objetivo neste estudo foi comparar as propriedades físico-químicas de materiais utilizados como curativos de demora e/ou obturadores convencionais e associações destes.

CAPÍTULO ÚNICO

EVALUATION OF PHYSICOCHEMICAL PROPERTIES OF FILLING MATERIALS FOR PRIMARY TEETH. A COMPARATIVE STUDY*

ABSTRACT

Aim: To evaluate the physicochemical properties [flow, solubility, radiopacity and release of (OH^-) and (Ca^{2+}) ions] of intracanal medication materials, commercially available fillings used for endodontic treatment in primary teeth and associations among them.

Methods: The study groups were: Calen[®], Calen[®]+Iodoform, Calen[®]+Zinc Oxide (ZnO), Zinc Oxide eugenol (ZOE), UltraCal[®]XS, Vitapex[®], $\text{Ca}(\text{OH})_2$ + 2% chlorhexidine digluconate + ZnO and control (without filling material). For solubility, radiopacity and release of (OH^-) and (Ca^{2+}) ions, a total of 168 bovine primary teeth were used. The teeth were prepared and filled with the materials. The results were submitted to Shapiro-Wilk normality test. The flow, solubility and radiopacity data were analyzed by ANOVA and Tukey's test, followed by t-test. The data on the release of OH^- and Ca^{2+} ions were analyzed by two-way ANOVA and Tukey's test. All analyses were performed considering the significance level of 5%.

Results: Calen[®] had the highest values (21.8 mm) for flow ($p < 0.05$). For solubility, Calen[®]+ZnO (0.14 mm³), $\text{Ca}(\text{OH})_2$ +2%chlorhexidine digluconate+ZnO (0.54 mm³) and Vitapex[®] (0.15 mm³) showed less material loss ($p > 0.05$). Calen[®]+Iodoform showed the highest results in the radiopacity test before (mean gray value=107.9) and after (mean gray value=65.8) solubility ($p > 0.05$). Calen[®] had the highest alkalinity values throughout all the study period, followed by Calen[®]+ZnO, which showed no significant statistical difference from Calen[®] for the first four times. Calen[®] had the highest release of (Ca^{2+}) ions followed by Calen[®] +ZnO and Calen[®] +Iodoform ($p > 0.05$).

Conclusion: We can conclude that Calen[®]+ZnO showed the best results for the majority of the properties evaluated.

Key-words: Deciduous tooth, Endodontics, physical and chemical properties, root canal filling materials.

INTRODUCTION

Pediatric Dentistry has as its main objective the maintenance of primary teeth in functional conditions in the dental arch until the period of physiological exfoliation (Antoniuzzi et al., 2015). In cases of primary tooth pulp damage, the treatment options are pulpotomy, pulpectomy and extraction (Kupietzky and Holan, 2003). According to the American Academy of Pediatric Dentistry (AAPD) (2015/2016), pulpectomy is the removal of all inflamed or necrotic pulp tissue, through debridement, enlargement and disinfecting of root canals, followed by filling with resorbable material. The endodontic treatment of primary teeth is complex since root canals can have physiological resorption and irregularities. Thus, with the difficult to obtain a satisfactory mechanical debridement, the prognosis of the treatment of pulp necrosis also depends on the material used for filling (Gupta and Das, 2011; Antoniuzzi et al., 2015).

Filling materials used in pulpectomy must be biocompatible and present desirable physicochemical properties, such as: resorption compatible with the physiology of the primary tooth, in addition to being non-toxic and not to causing harm to the periapex and the permanent tooth germ (Gambarini et al., 2003; Rewal et al., 2014). They should also be radiopaque and antiseptic, provide adequate flow and adhesion to the walls of the root canal, provide a hermetic environment, be easy to be inserted and removed, be soluble in water and cause no color change in dental crown, in addition to not being able to shrink (Silva et al., 2006; Gupta and Das, 2011). These materials, whether associated or not with other substances, are considered desirable when they present a considerable number of adequate physicochemical properties, and must be selected based on studies and after critical evaluation of existing scientific evidences.

Considering the importance of the filling materials, some commercially options are available for primary teeth. The most commonly used ones are based on Zinc Oxide (ZnO) and Eugenol, calcium hydroxide $[\text{Ca}(\text{OH})_2]$ and Iodoform (Mortazavi and Mesbahi, 2004; Trairatvorakul and Chunlasikaiwan, 2008; Barja-Fidalgo et al., 2011; Marín-Bauza et al., 2012; AAPD, 2015/2016; Antoniuzzi et al., 2015).

Considering the good properties shown by $\text{Ca}(\text{OH})_2$, 2% chlorhexidine digluconate and Zinc Oxide (ZnO), an experimental material composed of the association between them (2:1:2 proportion) has been proposed in cases of dental trauma, as a dressing to induce apexification in young endodontically treated teeth, but where the root apex is still forming. This medication has excellent antimicrobial activity, easy insertion, high

remineralizing capacity, proper radiopacity, low cost and no need for periodic replacement (de Jesus Soares et al., 2012). Thus, it is assumed that such therapy could become a viable alternative for filling material for primary teeth, as it has been indicated in cases of dental trauma and it also has characteristics compatible with physiological resorption.

There is a lack of studies that have evaluated the physicochemical properties of filling materials used in primary teeth and few studies on experimental materials. Thus, considering the importance of the physicochemical properties of filling materials for the success of endodontic treatment of primary teeth and the lack of comparative studies, even for materials frequently used in the dental practice and new experimental materials, the aim of this study was to compare the physical and chemical properties of intracanal medication materials, conventional fillings and associations among them.

MATERIALS AND METHODS

Experimental design

The factors in study were the filling materials, as follows: Calen[®], Calen[®] associated with Iodoform (1:1), Calen[®] associated with ZnO (1:1), ZOE (3:1), UltraCal[®]XS, Vitapex[®], and Ca(OH)₂ with 2% chlorhexidine digluconate associated and ZnO (2:1:2) (**Table 1**), and the time for the tests of solubility, radiopacity and release of hydroxyl and calcium ions. The response variables were: horizontal flow (in mm), solubility (in mm³), radiopacity (mm of Aluminum) and release of hydroxyl (OH⁻) (pH) and calcium (Ca²⁺) (µg/ml) ions.

For the analysis of solubility, radiopacity and release of OH⁻ and Ca²⁺ ions, we used bovine primary teeth. For this end, the calculation of the number of samples was conducted from the results of a previous pilot study used as parameters. The statistical Program Bioestat 5.3 (Pará, Brazil) was used for calculation, taking into account the power of the test of 0.85 and $p \leq 0.05$. We determined that an $n=5$ should be used for the solubility and radiopacity tests and $n=8$ for the test of release of OH⁻ and Ca²⁺ ions.

Table 1. Materials, composition and respective manufacturers and batch numbers used in the study.

Materials	Composition	Manufacturer Batch number
Calen [®]	50% of calcium hydroxide, 10% zinc oxide, 1% of rosin and 39% of polyethylene glycol 400	S.S.White #0080713
Iodoform	99 to 100.5% of iodoform P.A	Biodinâmica #59813
Zinc Oxide Eugenol	99 to 100.5% of zinc oxide and 99 to 100.5% of eugenol	Biodinâmica #38513/48013
UltraCal [®] XS	35% calcium hydroxide, 20% barium sulfate in aqueous solution	UltraDent #B7W8P
Vitapex [®]	40.4% of iodoform, 30% of calcium hydroxide, 22.4% silicone oil and 6.9% of inert substances	Neo Dental #A5D1
2% Chlorhexidine Digluconate	2% chlorhexidine digluconate	Essencial Pharma #1009364
Calcium Hydroxide	99% to 100.5% of calcium hydroxide	Biodinâmica #114113

Horizontal flow test

The materials studied were transferred to plastic insulin syringes (1 ml). The associated materials were inserted in the syringe after 3 minutes of handling. The amount of 0.05 ml of each material was placed individually in the center of a glass plate measuring 40 x 40 x 5 mm and weighing 20 ± 2 g. Then, a new glass plate identical to the previous one was placed over the material, and a 100 g weight was added on top of the plates. After 7 min, the average of the largest and the smallest diameters of the discs formed by the flow of materials were measured using a digital caliper (Mitutoyo, Suzano, São Paulo, Brazil). The test was performed in triplicate and, if the largest and smallest diameters formed by the materials presented a difference greater than 1mm, the test was performed again. We found the average of the values obtained for each filling material. The analysis was performed adapting the standards of ISO 6876:2001 (Camps et al., 2004).

Solubility, radiopacity, release of OH⁻ and Ca²⁺ ions

Selection and preparation of the primary teeth

For solubility, radiopacity and the release of OH⁻ and Ca²⁺ ions, 168 extracted primary bovine teeth were selected. All teeth were examined macroscopically and radiographically and those which did not present root resorption and obliteration were included. The absence of root obliteration was verified visually and radiographically using endodontic Flexofile#10 (Maillefer®, Tulsa, Oklahoma, USA). Radiographic examination was conducted in groups of three teeth, placed on a periapical film (Ultra Speed - Kodak®), horizontally, and properly identified.

To standardize the size of the teeth, they were cut lengthwise into 22 mm in the cervical margin of the teeth. This measure was done with an endodontic ruler and confirmed with a digital caliper (Mitutoyo, Santo Amaro, São Paulo, Brazil). The selected roots were randomly allocated in the study groups taking into consideration the width of the root canal.

Chemical-mechanical preparation of the root canals

The chemical-mechanical preparation was performed by the same operator, with 1st series files (#15 to #40) (Maillefer, Tulsa, Oklahoma, USA) and 0.5% sodium hypochlorite (NaOCl) (Biodinâmica, Ibioporã, Paraná, Brazil) + Endo®- PTC (Biodinâmica, Ibioporã, Paraná, Brazil). The chemical-mechanical preparation was carried out with circumferential movements and 2.5ml of 0.5% NaOCl were used for irrigation among files. The standardization of the opening of the apical foramen was made with Kerr file #40, regardless

of the diameter of the root canal observed radiographically. The teeth received a final irrigation (5 mL) with 0.89% saline solution (Eurofarma, Ribeirão Preto, São Paulo, Brazil), and the root canals were dried with absorbent paper cone and coated with acid resistant varnish (Risqué, Barueri, São Paulo, Brazil), except for the apical region.

Root canal filling

After chemical-mechanical preparation, the teeth were divided into eight groups according to the experimental design (filling materials) and negative control group (without filling material). The materials were inserted into the root canals with endodontic file #20 (Maillefer, Tulsa, Oklahoma, USA). Materials such as UltraCal®XS and Vitapex®, which had syringes provided by the manufacturer, were inserted with their own syringes. The vertical compression was carried out with cotton balls. The canal was considered filled when the material had exceeded the foramen limit. The full completion was verified radiographically. After confirming the proper sealing of the roots, a resin composite restoration was made to seal the root canals at the cervical region using a 37% phosphoric acid gel (Scotchbond™ - 3M ESPE, Saint Paul, Minnesota, USA), for 15 s for acid conditioning, and dried with a cotton ball, then 2 layers of dental adhesive Single Bond (3M ESPE, Saint Paul, Minnesota, USA) were applied and photoactivated for 10 seconds and a restoration with Z250 XT - 3M ESPE resin (Saint Paul, Minnesota, USA) was done and photoactivated for 20 s. The adhesive procedures were performed according to the manufacturer's recommendations.

Solubility test

The analysis of solubility was performed by measuring the volume of filling material in the root canals using Micro-Computed Tomography (Micro-CT). The specimens used for this analysis were the same as those used for the radiopacity test. The specimens were scanned twice, before and after immersion in water. After initial measurement, the roots were plugged individually by the upper portion with orthodontic wire (0.8 mm thick and 5 cm long) and immersed individually in falcon tubes containing 15 ml of water and stored at 37°C for five days. After this time, the specimens were dried using absorbent paper and scanned again using the Micro-CT. Thus, the calculation of solubility was performed by subtracting the volume obtained in the first image from the second one after immersion. The specimens were scanned using the Micro-CT device (SkyScan 1178; Bruker; Billerica, Massachusetts, USA). The images were acquired using the following parameters: 65 kV, 615 µA, 8.46 µm pixel size, 1.1° rotation step and a matrix size of 1280x1024 pixels. The raw data was

processed by reconstruction software (NReconv1.6.4.8, SkyScan) and the CTan software (CTanv1.11.10.0, SkyScan) was used to perform the analysis and obtain the volume measurements in mm³. Using the CTan software, the vertical volume of interest (VOI) was delimited for each sample, beginning in the cervical portion of the root (first slice that showed the material) and ending in the apex (last slice that showed the material). Then, we did the segmentation of the material; it consisted of choosing the grey values of the threshold that corresponded to the material or object of interest. These values were recorded to be used later in the second scan of the same tooth after solubilization. We could obtain a quantitative analysis of the volume of the material through the 3D plug-in analysis. This tool promotes an automated calculation of the total volume (mm³) from the three-dimensional (3D) image of the binary objects selected (white color). These data were reported in a list of results after running the function of 3D analysis (**Figure 2**) (Cavenago et al., 2014).

Radiopacity test

The radiographic images were obtained by FocusTM periapical machine (Instrumentarium Imaging, Tuusula, Finland) with 70 kVp and 8 mA, the Snapshot digital sensor system of 37 x 24 mm (Instrumentarium Imaging, Tuusula, Finland) and the CliniView software (Instrumentarium Imaging, Tuusula, Finland). The focus-object distance was 30cm and the exposure time was 0.063 s. For this, each tooth was positioned on the sensor and the radiographs were taken with an orthoradial incidence; an aluminum (Al) step-wedge with six 5-mm incremental steps was attached to the sensor as reference for pixel intensity measurements. The 4th step (± 141.560) was used as reference of radiopacity (radiopacity equivalent to dentin) (**Figure 2**). Once the images have been obtained, they were exported in a TIFF format for the gray values/pixel intensity were quantified in the *software Image J* 1.49 (University of Wisconsin-Madison, USA). A region of interest (ROI) of 8.48 x 8.48mm was used to measure the mean gray value in the center of the 4th step and in 3 regions of the filling material (coronal, middle and apical). The analysis of radiopacity was done subtracting the mean gray values of the 3 regions of the material from the value obtained in the 4th step's. Then, positive values will signify that the material is more radiopaque than the dentin while negative results will indicate that the material is less radiopaque than the dentin. To check the possible change of radiopacity after solubilization, the images and their evaluations were made twice, before and after the solubility test, where the same samples were used.

Release of Hydroxyl (OH^-) Ions

To analyze the release of OH^- ions, the roots were plugged individually by the upper portion with orthodontic wire (0.8 mm thick and 5 cm long) and suspended in falcon tubes. They were immersed in 15ml of water and maintained at 37°C for 1 h, 1, 2, 3, 5, 7, 15 and 30 days. The measures were done in triplicate using a precision pHmeter (Orion 3 Star pH Benchtop, Thermo Electron Corporation, Waltham, Massachusetts, USA). The suspended specimens were removed and the tubes were placed in a shaker (Phoenix AP 56, Araraquara, São Paulo, Brazil) for 5 s before measuring. The temperature of the room during measurements was 25°C.

In each time of analysis, the electrode was calibrated with buffer solutions with pH values of 4.0 and 7.0. Between each reading, the electrode was washed with water and dried with paper towels. The analysis was carried out after 1 h, 1, 2, 3, 5, 7, 15 and 30 days.

Release of Calcium (Ca^{2+}) Ions

To analyze the release of Ca^{2+} ions, the roots were plugged individually by the upper portion with orthodontic wire (0.8 mm thick and 5 cm long) and suspended in falcon tubes. They were immersed in 5ml of deionized water and maintained at 37°C for 1h, 1, 2, 3, 5, 7, 15 and 30 days.

The determination of the concentration of Ca^{2+} ions was performed in a 96-well plate using spectrophotometer (Thermo Scientific Multiskan® Spectrum, Waltham, Massachusetts, USA), with a wavelength of 650 nm. The suspended specimens were removed and the tubes were placed in a shaker (Phoenix AP 56, Araraquara, São Paulo, Brazil) for 5 s before measuring. The temperature of the room during measurement was 25C. A 3μL aliquot was removed from the sample and 300μL of the Liquiform calcium solution (Labtest Diagnostic, São Paulo, Brazil) was added, which promoted color change in the solution and consequently allowed its reading. The same amount (3μL) of a standard solution and deionized water (blank) in 300μL of the Liquiform calcium solution (Labtest Diagnostic, São Paulo, Brazil) was used as calibration for the test. The test was performed in duplicate.

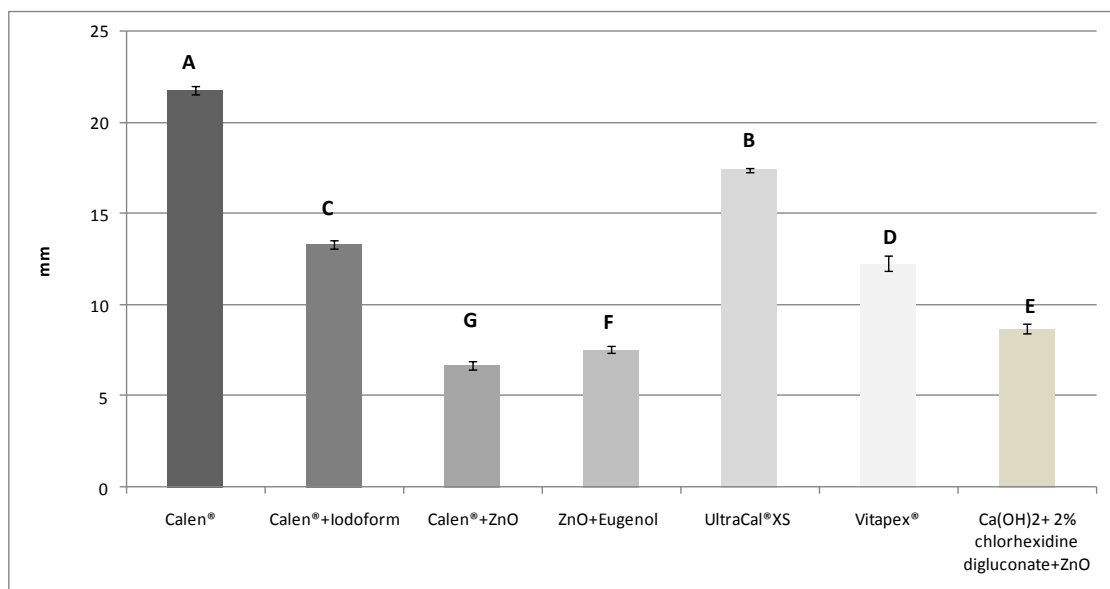
Statistical analysis

The results were submitted to Shapiro-Wilk normality test and appropriate statistical tests were applied. The analysis of horizontal flow was performed by one-way ANOVA and Tukey's test. The solubility and radiopacity tests were performed by one-way ANOVA, Tukey's test followed by paired t-test. The release of OH^- and Ca^{2+} ions was

performed by two-way ANOVA and Tukey's test. All analyses were performed considering the significance level of 5% using the Bioestat 5.3 software (Bioestat, Pará, Brazil)

RESULTS

Concerning to the results of horizontal flow, we can observe that all filling materials showed significant differences between each other, but only Calen[®] (21.8 mm) is in accordance with the ISO standards (20 mm). The lowest results were observed for Calen[®] + ZnO (6.7 mm) (**Figure 1**) ($p < 0.05$).



Different uppercase letters represent statistically difference among filling materials by Tukey test ($p < 0.05$).

Figure 1. Horizontal flow values (in mm) of the filling materials studied.

Regarding to the results of the solubility, **Table 2** shows the amount (in mm³) of the filling materials inside the root canals before and after solubilization. There was no significant difference among the materials both before and after solubilization ($p=0.1207$). Calen[®]+ZnO, Ca(OH)₂+2% chlorhexidine digluconate+ZnO and Vitapex[®] showed no difference after 5 days of solubilization. UltraCal[®] XS, ZOE and Calen[®]+Iodoform showed significant difference in the amount of material before and after solubilization, being UltraCal[®] XS the one that had the most material loss after solubilization (1.8 mm³) ($p=0.0246$). It was not possible to quantify the amount of material present in the root canals filled with Calen[®], as the density of the material is very close to the density of dentin. Therefore, any attempt at quantification would result in an unrealistic value (Cavenago et al., 2014).

Table 2. Solubilization values (in mm³) before and after immersion for the filling materials studied.

MATERIALS	BEFORE	AFTER
Calen [®]	*	*
Calen [®] +Iodoform	26.3±10.9 ^{aA}	25.54±11.9 ^{aB}
Calen [®] +Zinc Oxide	15.5±3.5 ^{aA}	15.4±3.8 ^{aA}
Zinc Oxide Eugenol	18.1±6.0 ^{aA}	17.0±6.4 ^{aB}
UltraCal [®] XS	14.4±3.8 ^{aA}	12.6±5.6 ^{aB}
Vitapex [®]	21.5±4.9 ^{aA}	20.4±5.0 ^{aA}
Ca(OH) ₂ +2% Chlorhexidine digluconate+ Zinc Oxide	20.6±6.9 ^{aA}	20.0±7.7 ^{aA}

Ca(OH)₂ = Calcium hydroxide

* No measurement was possible

Equal lowercase letters in column represent no statistical difference by Tukey test ($p<0.05$)

Equal uppercase letters in lines represent no statistical difference by t test ($p<0.05$)

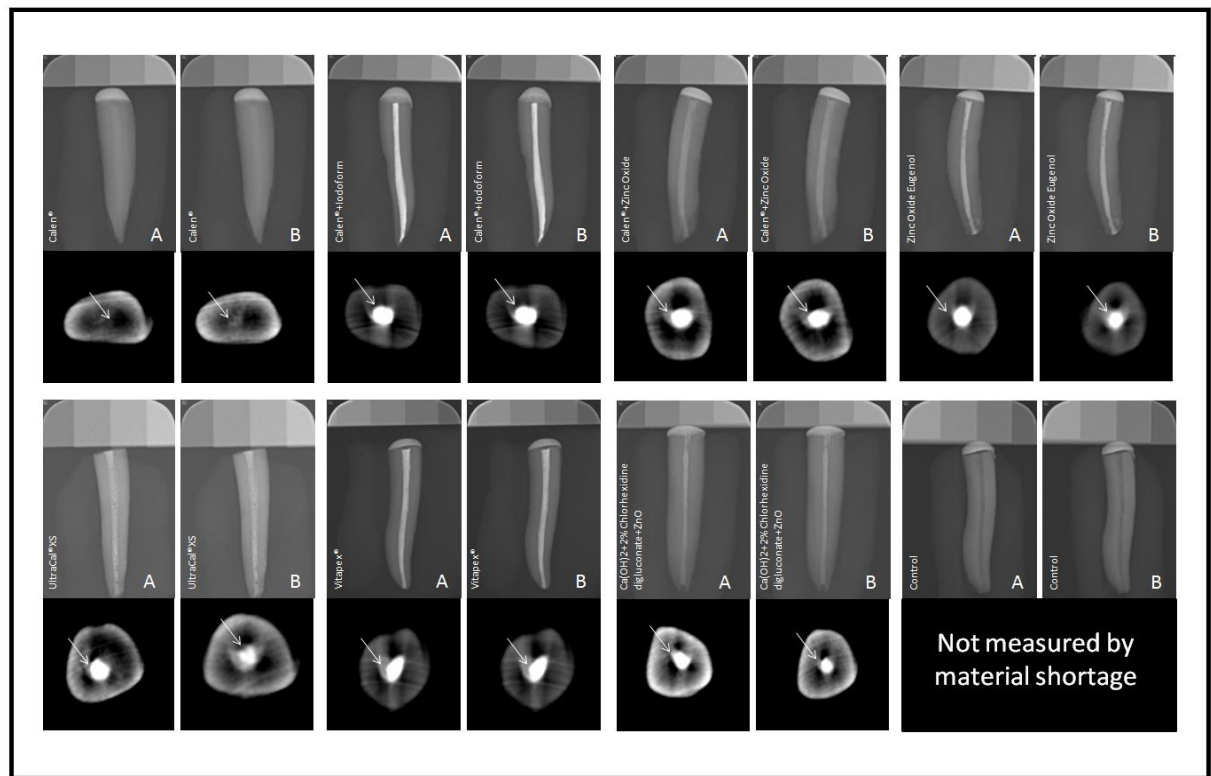


Figure 2. Digital radiographic images obtained after the filling of the teeth with the materials studied and axial reconstructions obtained by Micro-CT.

The white arrows indicate the presence of filling materials.

Letters “A” represent the images obtained before solubilization.

Letters “B” represent the images obtained after solubilization.

Table 3 shows the relative radiopacity (mean gray values), before and after solubilization. The Calen®+Iodoform showed the highest values before (107.9) and after solubilization (65.8) ($p=0.0877$) followed by Vitapex® (48.3) before and (28.6) after solubilization ($p=0.0122$). In contrast, Calen®+Iodoform showed the greatest decrease in radiopacity after solubilization (42.1), but in the end it remained with the highest radiopacity values. The lowest results were found in the control group (-47.8) before and after solubilization and in the Calen® group (-22.9) before and after solubilization (-18.8) ($p=0.0819$). The UltraCal®XS showed less decrease after solubility (5.7), however it still showed negative radiopacity values ($p=0.0217$). The Calen® was the only material that showed an increase of the values (4.1).

Table 3. Relative mean gray values of filling material before and after solubilization.

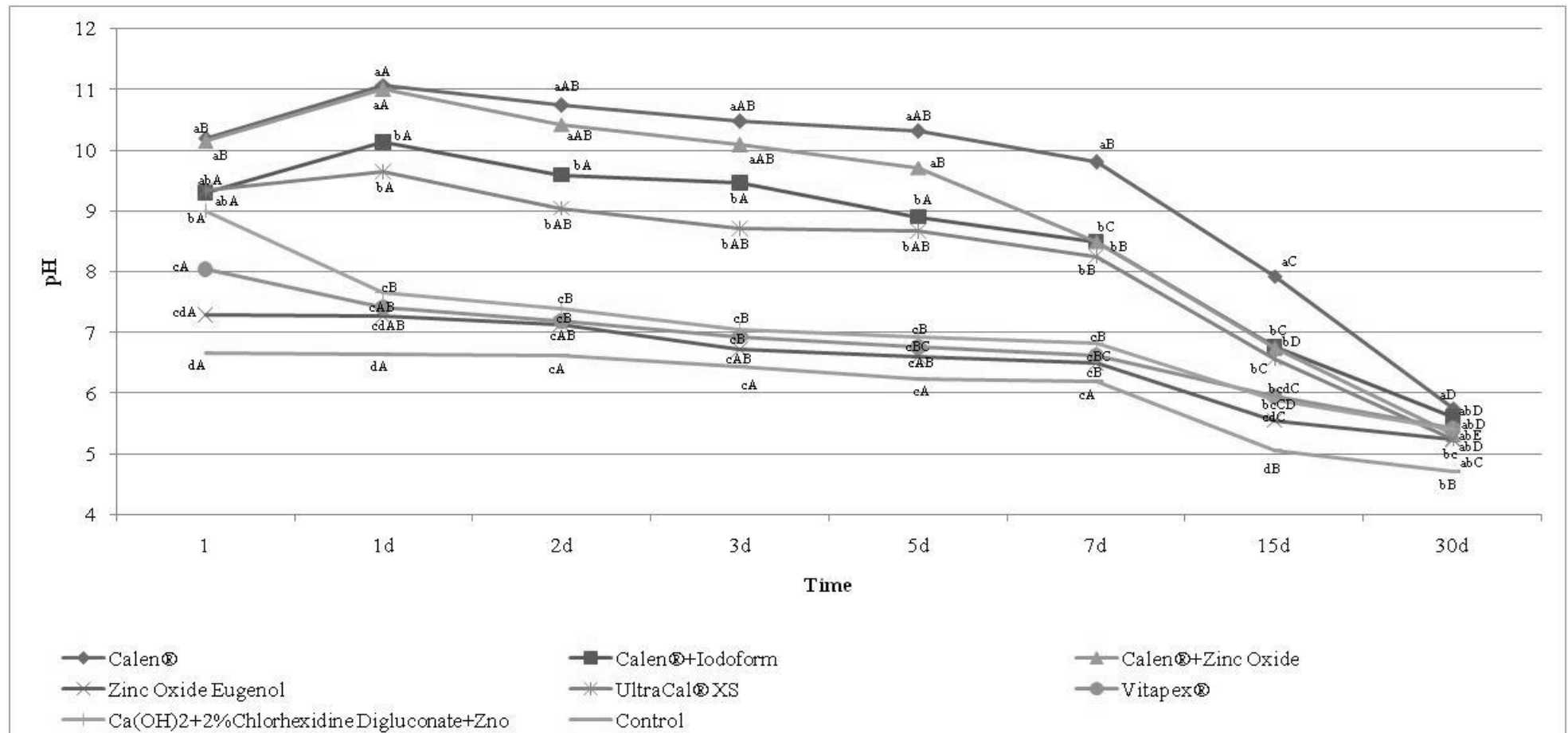
MATERIALS	BEFORE	AFTER
Calen [®]	-22.9±6.4 ^{dA}	-18.8±6.2 ^{dA}
Calen [®] +Iodoform	107.9±27.8 ^{aA}	65.8±15.2 ^{aA}
Calen [®] +Zinc Oxide	17.7±3.3 ^{cA}	-1.1±3.7 ^{cB}
Zinc Oxide Eugenol	14.0±5.3 ^{cA}	5.5±5.9 ^{cB}
UltraCal [®] XS	-1.0±5.6 ^{cdA}	-6.8±8.0 ^{cdB}
Vitapex [®]	48.3±4.4 ^{bA}	28.6±2.3 ^{bB}
Ca(OH) ₂ +2% Chlorhexidine digluconate+ Zinc Oxide	-9.2±13.4 ^{dA}	-17.1±9.0 ^{dB}
Control	-47.8±3.7 ^{eA}	-47.8±3.7 ^{eA}

Ca(OH)₂ = Calcium hydroxide

Equal lowercase letters in column represent no significant difference by Tukey test (p>0.05)

Equal uppercase letters in lines represent no significant difference by t test (p>0.05)

The pH values for all immersion times are shown in **Figure 3**. All groups have shown increased pH (alkaline) after 1 h, except for ZOE (7.3) and the control group (6.5). The Calen[®] presented the highest value during the 1st h (10.3) and remained the highest during all periods of study. The control group obtained the lowest values from the 1st h up to the last hour (4.7). Most of the time, Calen[®]+ZnO did not show statistical difference from Calen[®]. The values of UltraCal[®]XS basically showed no significant statistical difference from Calen[®]+Iodoform. Over the month, all materials gradually decreased their rate of release of OH⁻(p<0.05).



Concerning to the release of Ca^{2+} ions, there was no interaction between the studied factors (filling materials x time), but a difference was observed for materials and time ($p < 0.01$). **Figure 4** shows the averages of release of Ca^{2+} ions according to the filling materials and times studied. The Calen[®] presented the highest values (46.4 $\mu\text{g/mL}$), followed by Calen[®]+ZnO (24.1 $\mu\text{g/mL}$) and Calen[®]+Iodoform (23.1 $\mu\text{g/mL}$), with no statistical difference between each other. Control group (1.2 $\mu\text{g/mL}$) and ZOE (2.8 $\mu\text{g/mL}$) showed the lowest values with no significant difference between each other. Regarding the periods of evaluation, the 3th (15.2 $\mu\text{g/mL}$), 5th (19.2 $\mu\text{g/mL}$), 7th (18.0 $\mu\text{g/mL}$), 15th (22.5 $\mu\text{g/mL}$) and 30th day (22.9 $\mu\text{g/mL}$) did not show statistical difference among each other. The time that had a lower release of Ca^{2+} was the 1st h (6.0 $\mu\text{g/mL}$). The Calen[®]+ZnO and Calen[®]+Iodoform showed a similar release behavior. The $\text{Ca}(\text{OH})_2$ +2% chlorhexidine digluconate+ZnO (8.8 $\mu\text{g/mL}$) and Vitapex[®] (8.6 $\mu\text{g/mL}$) also showed a similar release behavior with no significant statistical difference from UltraCal[®]XS (11.8 $\mu\text{g/mL}$), ZOE and control group ($p < 0.05$) (**Figure 4**).

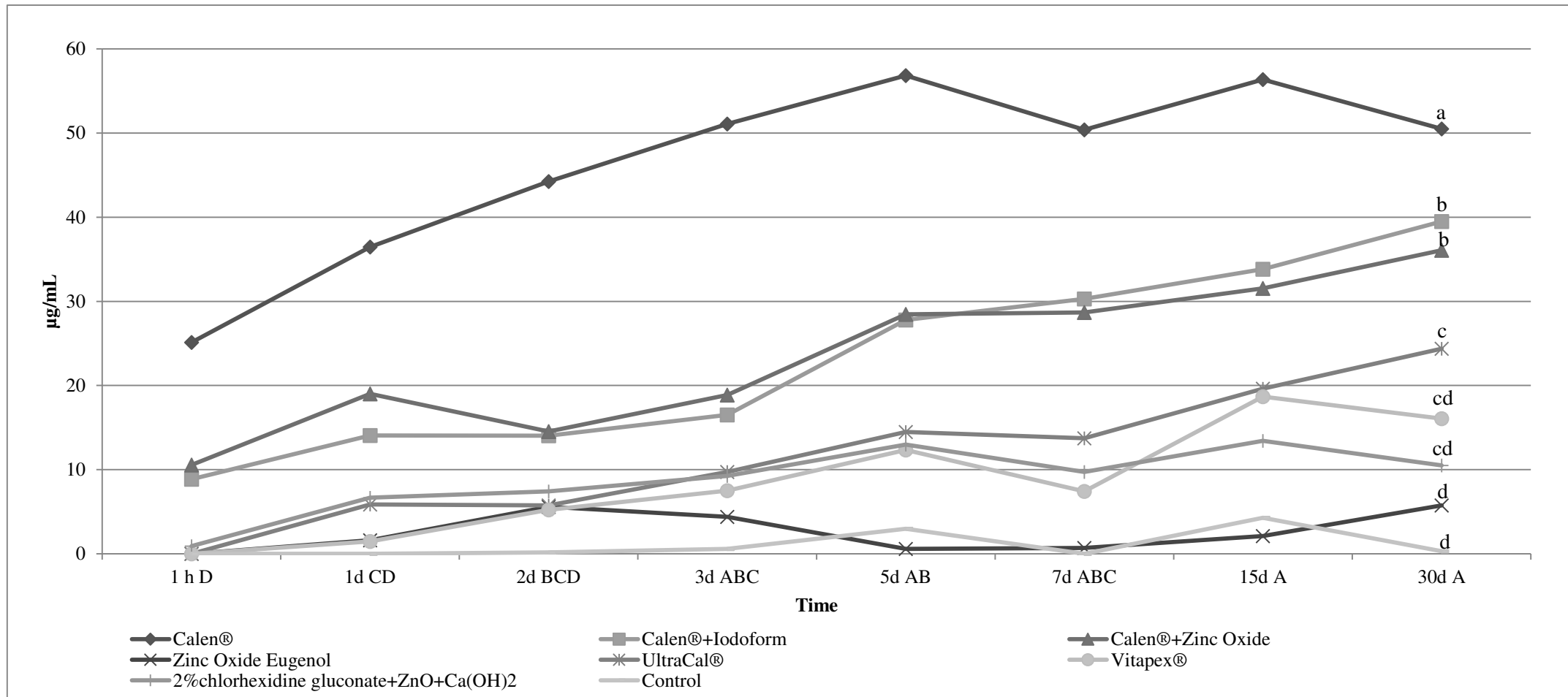


Figure 4. Values of release of Ca^{2+} ions (in $\mu\text{g/mL}$) showed by the materials studied.

Equal lowercase letters represent no significant difference among filling materials by Tukey test ($p>0.05$)

Equal uppercase letters represent no significant difference among times by Tukey test ($p>0.05$)

Table 4 shows the overall results considering the physicochemical properties evaluated in this study. We can observe that two filling materials showed the most desirable features: Calen[®] and Calen[®]+ZnO.

Table 4. Overall results considering the physicochemical properties evaluated in this study

PHYSICOCHEMICAL PROPERTIES	MATERIALS						Ca(OH) ₂ + 2% chlorhexidine digluconate + ZnO
	Calen [®]	Calen [®] + Iodoform	Calen [®] +Zinc Oxide	Zinc Oxide Eugenol	UltraCal [®] XS	Vitapex [®]	
Horizontal Flow	X						
Solubility	*		X			X	X
Radiopacity		X					
Release of Hydroxyl ions (pH)	X		X				
Release of Calcium ions	X	X	X				

X represents the filling material that stood out in a particular test

* No measured was possible

DISCUSSION

Considering the importance and the knowledge about filling materials available for primary teeth, this study was designed to compare commercial filling materials, the associations between them and an experimental one. The results of this study have shown that all materials presented horizontal flow capacity, but only Calen[®] (21.8 mm) is in accordance according to ISO standards (6876/200119), which recommend a flow requirement of no less than 20 mm.

The Calen[®] also exceeded in the evaluation of the pH and in the release of Ca²⁺ ions. The association of Calen[®] with ZnO, for the times 1 h, 1, 2, 3 days, did not show statistical difference from Calen[®] in the test of release of OH⁻ ions. This corroborates a previous study which has demonstrated that Ca(OH)₂ materials have higher pH when associated with ZnO (Guerreiro-Tanomaru et al., 2013). In relation to the release of Ca²⁺ ions, Calen[®]+ZnO and Calen[®]+Iodoform were the second associations to release more Ca²⁺ ions with no difference between each other. The Calen[®] with Iodoform presented the same behavior of release of ions as Calen[®]+ZnO and was the third material to release more OH⁻ ions during the times studied. This could be explained by the presence of its vehicle (polyethylene glycol 400) that have high molecular weight (375), hygroscopic nature and viscosity; thereby, it can maintain the release of ions and provide high levels of pH and release of Ca²⁺ ions for at least seven days (Ximenes and Cardoso, 2012; Shetty et al., 2014).

The control and ZOE groups presented the lowest values of pH and release of Ca²⁺ ions, and none of these groups had Ca(OH)₂ to dissociated into OH⁻ and Ca²⁺ ions, what explains the lowest pH demonstrated by these groups. The release of Ca²⁺ showed by the control group in 5 and 15 days can be explained by the demineralization of the teeth (Ximenes and Cardoso, 2012).

The Ca(OH)₂ based-materials have the ability to dissociate into OH⁻ ions and calcium Ca²⁺ (Athaniassiadis et al., 2007; Ximenes and Cardoso, 2012.). The OH⁻ ions provide an extremely alkaline pH (approximately 12.5 to 12.8), which, besides of being impractical for bacterial survival, still causes a beneficial effect by inhibiting the action of clastic cells on the root surface and it also creates an environment that promotes tissue repair. The Ca(OH)₂ based-materials, in viscous and oily media, have low solubility in water, which is a desirable feature, since it means a longer time to be dissolved, and thus they do not cause damage when in contact with apical tissues (Pacios et al., 2003; Athaniassiadis et al., 2007; Signoretti et al, 2011; Gandolfi et al, 2012). Besides the previously mentioned good properties of Ca(OH)₂,

this material has unfavorable properties, such as low radiopacity and high tissue permeability (Faria et al., 2005; Queiroz et al., 2009; Silva et al., 2010).

The Calen®+Iodoform showed the highest values of radiopacity (107.9), followed by Vitapex® (48.3), because of the presence of Iodoform, whereas Calen® by itself showed one of the lowest results (-22.9). This results is in accordance with a recent study that has evaluated the radiopacity of $\text{Ca}(\text{OH})_2$ based-materials in the presence of radiopacifiers: Iodoform, Zinc Oxide and Barium Sulfate (BaSO_4). It was demonstrated that all radiopacifiers increased the radiopacity of $\text{Ca}(\text{OH})_2$, but the Iodoform was the most effective one (Ordinola-Zapata et al., 2015). The Calen® was the only group that presented increased radiopacity after solubilization; which can be explained by the fact that, perhaps, the vehicle in its constitution may be solubilized, thus leaving only $\text{Ca}(\text{OH})_2$ and ZnO inside the root canal and intensifying radiopacity.

Is it known that the solubility of any material depends on the solubility parameters of its components, their consistency, viscosity, and consequently the ratio used in associations (Estrela et al., 1995, Camps et al., 2004). In this study, solubilization was performed by quantifying the presence of the filling materials inside the root canal before and after five days of immersion. The Calen®+ZnO showed the less loss of material (0.32 mm^3) followed by ZOE (0.49 mm^3). This is explained by the low solubility of ZnO that has been demonstrated in previous studies (Camps et al., 2004, Mortazavi and Mesbahi, 2004; Trairatvorakul and Chunlasikaiwan, 2008; Barja-Fidalgo et al., 2011; Marín-Bauza et al., 2012; Antoniazzi et al., 2015). Furthermore, the hygroscopic nature of polyethylene glycol 400, present in the association of Calen®+ZnO, provides a lower absorption of water and consequently requests more time for solubilization (Simon et al., 1995). Moreover, this material combined with ZnO becomes an even more substantial material and less liable to solubility. The UltraCal®XS was the filling material that showed the greatest loss of material (1.7 mm^3), which can be explained by the presence of Barium Sulfate in its composition which, when combined with calcium hydroxide $\text{Ca}(\text{OH})_2$ in aqueous vehicle, forms a fluid material with low surface tension (Orucoglu and Cobankara, 2008). This aqueous vehicle may, also, favor material dispersion (Simon et al., 1995).

Comparing the results for the tests of radiopacity, solubility and release of OH^- and Ca^{2+} ions, apparently there is no relationship between the loss of material via foramen with an increase in the levels of pH and release of calcium ions and a decrease in radiopacity. Perhaps the release of OH^- and Ca^{2+} ions and radiopacifier agents did not occur during the

solubility stage evaluated in this study (5 days), but a release of other components, such as the vehicles, can occur (Weckwerth et al., 2012).

Thus, keeping in mind that all results should be considered as performed in experimental conditions, using bovine primary teeth and facing natural limitations when compared to *in vitro* and *in vivo* studies, the intent of this study was to help to choose and to establish an ideal material to be used in a Pediatric Dentistry clinic, based on the evaluation of physicochemical properties. Making an overall assessment of the results, we can observe that two filling materials showed the most desirable features: Calen[®] and Calen[®]+ZnO. The Calen[®] stood out for the tests of horizontal flow, hydroxyl ions and release of calcium ions. The Calen[®]+ZnO stood out for solubility, release of hydroxyl ions and release of calcium ions. On the other hand, Calen[®] alone showed one of the lowest radiopacity results and Calen[®]+ZnO showed one of the lowest results for horizontal flow. Furthermore, Calen[®]+ZnO presented a positive radiopacity value (greater than dentin). Radiopacity is an indispensable feature as we can see all the extension covered by the filling material and the presence of flaws and voids. Horizontal flow is also important, but when we are able to see radiographically the defects that may be present, another filling can be performed and the defect could be corrected.

More importantly, a material that shows low loss of material via apical foramen, as Calen[®]+ZnO, is indispensable, as there are less chances of harming the permanent successor and the periapical tissues.

Other properties such as biocompatibility and antimicrobial activity should be considered to make sure that Calen[®]+ZnO can be elected as the material of choice in a dental clinic. Queiroz et al. (2009) have shown great results for Calen[®]+ZnO regarding antimicrobial activity against *K. rhizophila*, *E. faecalis*, *S. mutans*, *E. coli* and *S. aureus*, just not presenting better results than ZOE. In another study, Queiroz et al. (2011) have studied tissue compatibility by implanting a polyethylene tube on the dorsal region of mice filled with one of the materials tested: Calen[®]+ZnO, ZOE and Sealapex[®] paste. The inflammatory infiltrate, the area and the thickness of the reactionary tissue produced by Calen[®]+ZnO decreased with time, presenting the best tissue response than the other materials studied. Thus, it could be suggested that the use of Calen[®]+ZnO, despite some unsatisfying results found in this study, can be considered as a material of choice for use in pulpectomies in Pediatric Dentistry.

CONCLUSION

Based on the conditions of this *in vitro* study, we can conclude that the material that showed the highest amount of desirable physicochemical properties for filling materials for primary teeth was Calen[®]+ZnO.

REFERENCES

1. American Academy of Pediatric Dentistry (AAPD). Guideline on pulp therapy for primary and immature permanent teeth. Reference Manual 2015/2016; 37(6).
2. Athanassiadis B, Abbott PV, Walsh LJ. The use of calcium hydroxide, antibiotics and biocides as antimicrobial medicaments in endodontics. *Aust Dent J.* 2007 Mar;52(1 Suppl):S64-82
3. Antoniazzi BF, Pires CW, Bresolin CR, Weiss RN, Praetzel JR. Antimicrobial activity of different filling pastes for deciduous tooth treatment. *Braz Oral Res.* 2015;29:1-6.
4. Barja-Fidalgo F, Moutinho-Ribeiro M, Oliveira MA, de Oliveira BH. A systematic review of root canal filling materials for deciduous teeth: is there an experimental for zinc oxide-eugenol? *ISRN Dent.* 2011;2011:367318.
5. Camps J, Pommel L, Bukiet F, About I. Influence of the powder/liquid ratio on the properties of zinc oxide-eugenol-based root canal sealers. *Dent Mater.* 2004 Dec;20(10):915-23
6. Cavenago BC, Pereira TC, Duarte MA, Ordinola-Zapata R, Marciano MA, Bramante CM, Bernardineli N. 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 Feb;47(2):120-6.
7. de Jesus Soares A, Yuri Nagata J, Casarin RC, Flávio Affonso de Almeida J, Gomes BP, Augusto Zaia A, Randi Ferraz CC, José de Souza-Filho F. Apexification with a new intra-canal medicament: a multidisciplinary case report. *Iran Endod J.* 2012 Summer;7(3):165-70.
8. Estrela C, Sydney GB, Pesce HF, Felipe Junior O. Dentinal diffusion of hydroxyl ions of various calcium hydroxide pastes. *Braz Dent J* 1995;6(1):5-9.
9. Faria G, Nelson-Filho P, Freitas AC, Assed S, Ito IY. Antibacterial effect of root canal preparation and calcium hydroxide paste (Calen) intracanal dressing in primary teeth with apical periodontitis. *J Appl Oral Sci.* 2005 Dec;13(4):351-5.
10. Gambarini G, Andreasi-Bassi M, Bolognini G, Testarelli L, Nocca G, Ceccarelli L, Scatena R, Lupi A, Castagnola M. Cytotoxicity of a new endodontic filling material. *Aust Endod J.* 2003 Apr; 29(1):17-9.
11. Gandolfi MG, Siboni F, Prati C. Chemical-physical properties of TheraCal, a novel light-curable MTA-like material for pulp capping. *Int Endod J.* 2012 Jun;45(6):571-9.

12. Guerreiro-Tanomaru JM, Pereira KF, Nascimento CA, Bernardi MI, Tanomaru-Filho M. Use of nanoparticulate zinc oxide as intracanal medication in endodontics: pH and antimicrobial activity. *Acta Odontol Latinoam*. 2013;26(3):144-8.
13. Gupta S, Das G. Clinical and radiographic evaluation of zinc oxide eugenol and metapex in root canal treatment of primary teeth. *J Indian Soc Pedod Prev Dent*. 2011 Jul-Sep;29(3):222-8.
14. International Standardization Organization. ISO 6876: Dental root canal sealing materials. Geneva: ISO; 2001
15. Kupietzky A, Holan G. Treatment of crown fractures with pulp exposure in primary incisors. *J Pediatric Dentistry*. 2003 March; 25(19):241-47.
16. Marín-Bauza GA¹, 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 Jul-Aug;20(4):455-61.
17. Mortazavi M, Mesbahi M. Comparison of zinc oxide and eugenol, and Vitapex for root canal treatment of necrotic primary teeth. *Int J Paediatr Dent*. 2004 Nov;14(6):417-24
18. Ordinola-Zapata R, Bramante CM, García-Godoy F, Moldauer BI, Gagliardi Minotti P, Tercília Grizzo L, Duarte MA. The effect of radiopacifiers agents on pH, calcium release, radiopacity, and antimicrobial properties of different calcium hydroxide dressings. *Microsc Res Tech*. 2015 Jul;78(7):620-5.
19. Orucoglu H, Cobankara FK. Effect of unintentionally extruded calcium hydroxide paste including barium sulfate as a radiopaquing agent in treatment of teeth with periapical lesions: report of a case. *J Endod*. 2008 Jul;34(7):888-91.
20. Queiroz AM, Nelson-Filho P, Silva LA, Assed S, Silva RA, Ito IY. Antibacterial activity of root canal filling materials for primary teeth: zinc oxide and eugenol cement, Calen paste thickened with zinc oxide, Sealapex and Endo REZ. *Braz Dent J*. 2009;20(4):290-6.
21. Queiroz AM, Assed S, Consolaro A, Nelson-Filho P, Leonardo MR, Silva RA, Silva LA. Subcutaneous connective tissue response to primary root canal filling materials. *Braz Dent J*. 2011;22(3):203-11.
22. Pacios MG, de la Casa ML, de los Angeles Bulacio M, López ME. Calcium hydroxide's association with different vehicles: In vitro action on some dentinal components. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod*. 2003 Jul;96(1):96-101.

23. Rewal N, Thakur AS, Sachdev V, Mahajan N. Comparison of endoflas and zinc oxide eugenol as root canal filling materials in primary dentition. *J Indian Soc Pedod Prev Dent.* 2014 Oct-Dec;32(4):317-21.
24. Shetty S, Manjunath MK, Tejaswi S. An in-vitro evaluation of the pH change through root dentin using different calcium hydroxide preparations as an intracanal medicament. *J Clin Diagn Res.* 2014 Oct;8(10):ZC13-6.
25. Signoretti FG, Gomes BP, Montagner F, Barrichello Tosello F, Jacinto RC. Influence of 2% chlorhexidine gel on calcium hydroxide ionic dissociation and its ability of reducing endotoxin. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod.* 2011 May;111(5):653-8
26. Simon ST, Bhat KS, Francis R. Effect of four vehicles on the pH of calcium hydroxide and the release of calcium ion. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod* 1995 Oct;80:459-64
27. Silva LA, Nelson-Filho P, Faria G, Souza-Gugelmin MCM, Ito IY. Bacterial profile in primary teeth with necrotic pulp and periapical lesions. *Braz Dent J.* 2006 Apr-Jun;17(2):144-8.
28. Silva LA, Leonardo MR, Oliveira DS, Silva RA, Queiroz AM, Hernández PG, Nelson-Filho P. Histopathological evaluation of root canal filling materials for primary teeth. *Braz Dent J.* 2010 Jan;21(1):38-45.
29. Trairatvorakul C, Chunlasikaiwan S. Success of pulpectomy with zinc oxide-eugenol vs calcium hydroxide/iodoform paste in primary molars: a clinical study. *Pediatr Dent.* Jul-Aug 2008;30(4):303-8.
30. Ximenes M, Cardoso M. Assessment of diffusion of hydroxyl and calcium ions of root canal filling materials in primary teeth. *Pediatr Dent.* 2012 Mar-Apr;34(2):122-6.
31. Weckwerth PH, Machado AC, Kuga MC, Vivan RR, Polleto Rda S, Duarte MA. Influence of radiopacifying agents on the solubility, pH and antimicrobial activity of portland cement. *Braz Dent J.* 2012;23(5):515-20.

CONCLUSÃO

De acordo com os resultados obtidos, pode-se concluir que considerando as propriedades físico-químicas estudadas, o material obturador que apresentou a maior quantidade de propriedades desejáveis para materiais obturadores de dentes decíduos foi a pasta Calen[®] associada ao óxido de zinco.

REFERÊNCIAS

1. Amorim L de F, Toledo OA, Estrela CR, Decurcio D de A, Estrela C. Antimicrobial analysis of different root canal filling pastes used in pediatric dentistry by two experimental methods. *Braz Dent J*. 2006;17(4):317-22.
2. Baldi JV. Avaliação de propriedades físico-químicas do cimento AH Plus preparado com porções de pastas retiradas no início, metade e final das bisnagas. *RGO* 2009; 57(1):7-1
3. Barbin LE, Saquy PC, Guedes DF, Souza-Neto MD, Estrela C, Pécora JD. Determination of para-chloroaniline and reactive oxygen species in chlorhexidine and chlorhexidine associated with calcium hydroxide. *J Endod*. 2008 Dec;34(12):1508-14
4. Barbin LE, Estrela C, Guedes DF, Spanó JCE, Souza-Neto MD, Pécora JD. Detection of para-chloroaniline, reactive oxygen species, and 1-chloro-4-nitrobenzene in high concentrations of chlorhexidine and in a mixture of chlorhexidine and calcium hydroxide. *J Endod*. 2013 May;39(5):664-668
5. Barr ES, Flatiz CM, Hicks MJ. A retrospective radiographic evaluation of primary molar pulpectomies. *Pediatr Dent*. 1991;13(1):4-9.
6. Cavenago BC, Pereira TC, Duarte MA, Ordinola-Zapata R, Marciano MA, Bramante CM, Bernardineli N. 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.
7. Cleghorn BM, Boorberg NB, Christie WH. Primary human teeth and their root canal systems. *Endod Topics*. 2010 Sep;23(1):63-3.

* De acordo com as normas da UNICAMP/FOP, baseadas na padronização do International Committee of Medical Journal Editors - Vancouver Group. Abreviatura dos periódicos em conformidade com o PubMed.

8. Crespo MP. Avaliação do potencial hidrogeniônico e da capacidade de liberação de íons cálcio de resíduos da pasta de hidróxido de cálcio com diferentes veículos [Dissertação]. Rio de Janeiro: Universidade Estácio de Sá; 2011.
9. Cunha CBCS, Barcelos R, Primo LG. Soluções irrigadoras e materiais obturadores utilizados na terapia endodôntica de dentes decíduos. *Pesq Bras Odontoped Clin Integr*. 2005;5(1):75-83.
10. Estrela C, Pécora JD, Souza-Neto M.D, Estrela CRA, Bammann LL. Effect of vehicle on antimicrobial properties of calcium hydroxide pastes. *Braz Dent J*. 1999;10(2):63-72.
11. Gandolfi MG, Siboni F, Prati C. Chemical-physical properties of TheraCal, a novel light-curable MTA-like material for pulp capping. *Int Endod J*. 2012;45(6):571-9.
12. Harini Priya M, Bhat SS, SundeepHegde K. Comparative evaluation of bactericidal potential of four root canal filling materials against microflora of infected non-vital primary teeth. *J Clin Pediatr Dent*. 2010;35(1):23-9.
13. Heithersay GS. Calcium hydroxide in the treatment of pulpless teeth with associated pathology. *J Br Endod Soc*. 1975;8(2):74-93.
14. Hobson, P. The value of an intact deciduous arch. *Br Dent J*. 1970;129(4):175.
15. Imparato JCP, Duarte DA, Manfro ARG. *Odontopediatria: Prática de saúde baseada em evidências*. 1st ed. São Paulo: Elsevier; 2012.
16. Kramer PF, Faraco Júnior IF, Feldens C.A. Estado atual da terapia pulpar nas Universidades brasileiras: Pulpotomia e Pulpectomia em dentes decíduos. *Jornal Brasileiro de Odontopediatria e Odontologia para Bebê* 2000;3(3):220-230.

17. Lemos LV, Myaki SI, Walter LR, Zuanon AC. Oral health promotion in early childhood: age of joining preventive program and behavioral aspects. *Einstein (Sao Paulo)*. 2014;12(1):6-10.
18. Pramila R, Muthu MS, Deepa G, Farzan JM, Rodrigues SJ. Pulpectomies in primary mandibular molars: a comparison of outcomes using three root filling materials. *Int Endod J*. 2015 Jun 9.
19. Reddy S, Ramakrishna Y. Evaluation of antimicrobial efficacy of various root canal filling materials used in primary teeth: a microbiological study. *J Clin Pediatr Dent*. 2007 Spring;31(3):193-8.
20. Safavi KE, Nichols FC. Alteration of biological properties of bacterial lipopolysaccharide by calcium hydroxide treatment. *J Endod*. 1994;20:127-12.
21. Schmalz G. Materiais obturadores. In: Bergenholtz G, Horsted-Bindslev P, Reit C, editors. *Endodontia*. 1. ed. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan, 2006. p. 252 -76.
22. Shqair AQ, Gomes GB, Oliveira A, Goettems ML, Romano AR, Schardozim LR, BonowML, Torriani DD. Dental emergencies in a university pediatric dentistry clinic: a retrospective study. *Braz Oral Res*. 2012;26(1):50-6.
23. Siqueira JF Jr, Lopes HP. Mechanisms of antimicrobial activity of calcium hydroxide: a critical review. *IntEndod J*. 1999;32(5):361-9.
24. Tagger M, Katz A. Radiopacity of endodontic sealers: development of a new method for direct measurement. *J Endod*. 2003;29(11):751-5.
25. Vale MS, Garcia RB. Optical and scanning electron microscopy evaluations of three endodontic sealers adaptation to dentin root subjected to the previous action of Er:YAG laser, edta and saline solution. *Rev. Fac. odontol. Bauru* 2001;9(1/2):11-7.

APÊNDICE

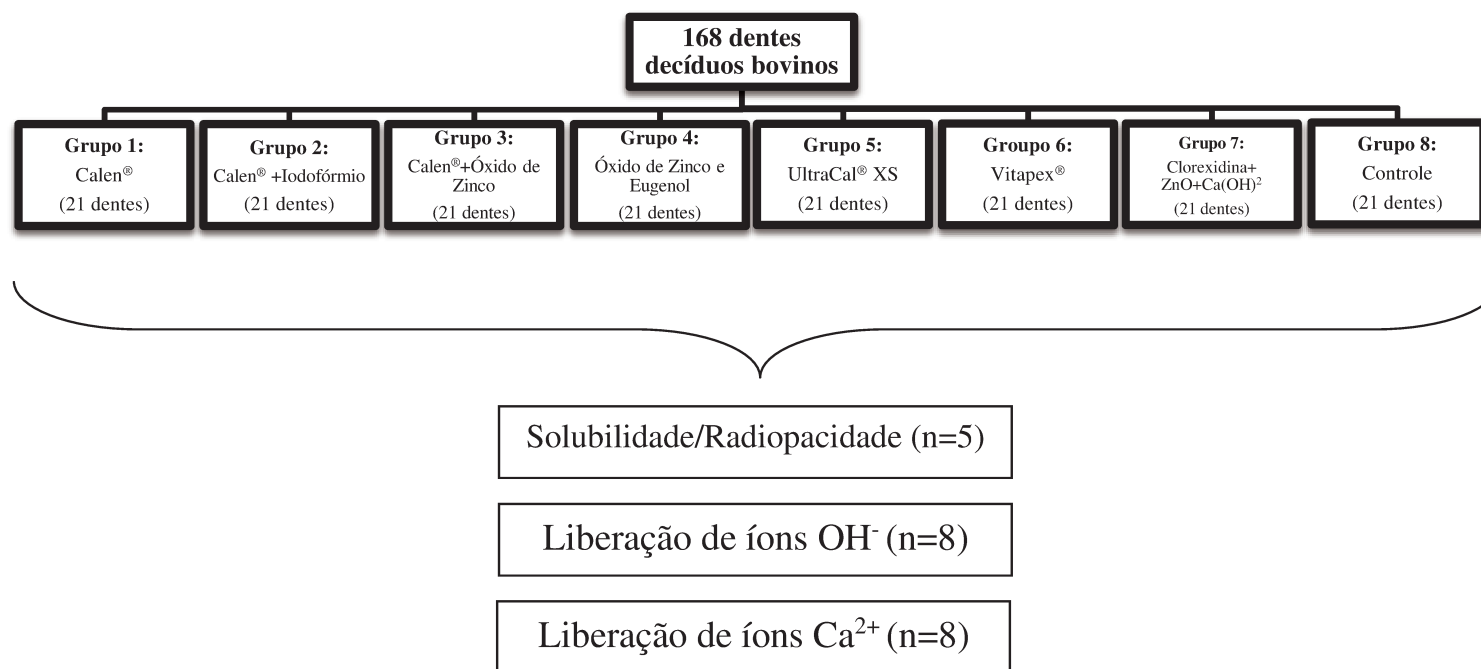
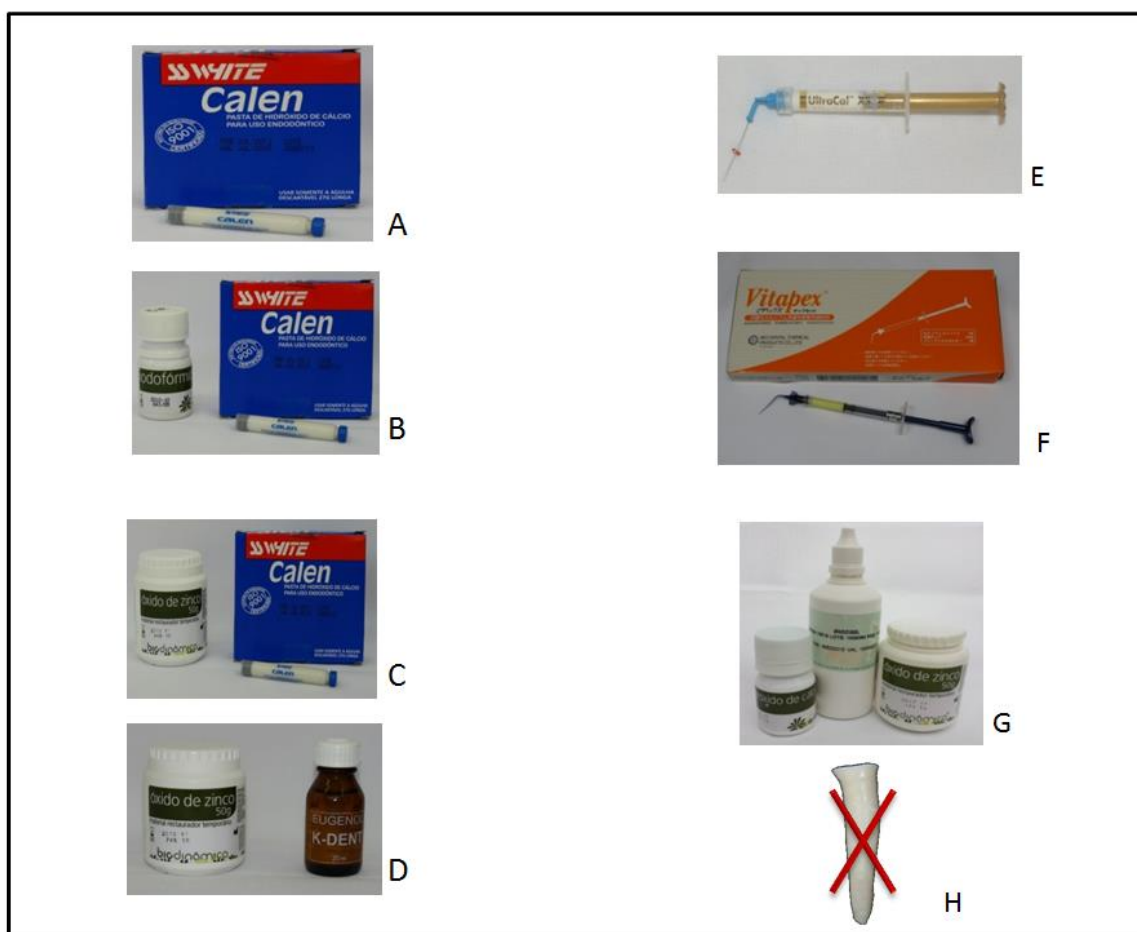
APÊNDICE 1: Figuras ilustrativas com a descrição da metodologia empregada no estudo**Figura 1.** Esquema delineamento experimental do estudo

Figura 2: Ilustração dos materiais obturadores selecionados para o estudo

- A- Calen[®]
- B- Calen[®] + Iodofórmio
- C- Calen[®] + Óxido de Zinco
- D- Óxido de Zinco e Eugenol
- E- UltraCal[®]XS
- F- Vitapex[®]
- G- Hidróxido de Cálcio + Digluconato de Clorexidina a 2% + Óxido de Zinco
- H- Controle (sem material obturador)



Figuras 3. Ilustração do preparo dos espécimes

- A- Dentes decíduos bovinos selecionados
- B- Corte das coroas
- C- Raízes com as coroas retiradas
- D- Padronização das raízes em 22 mm utilizando paquímetro digital
- E- Radiografias iniciais para averiguar se os canais apresentavam curvaturas, obliterações e atresias

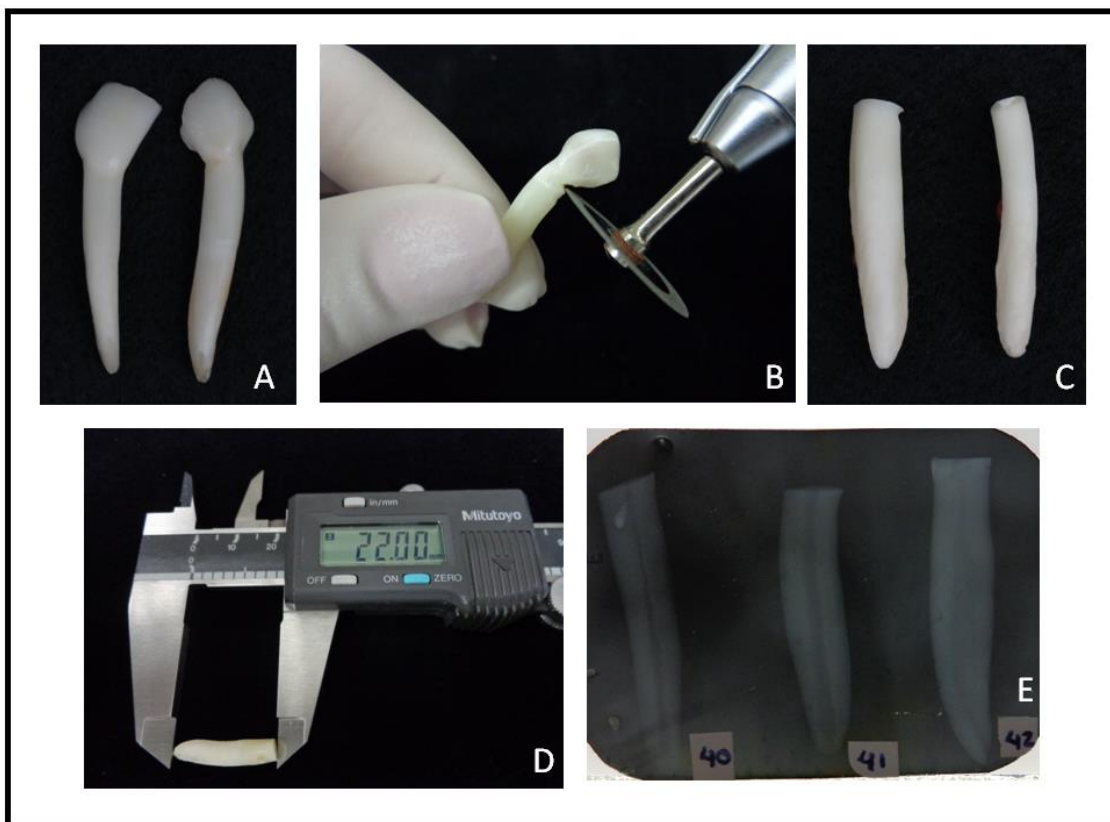


Figura 4. Ilustração do preparo químico-mecânico dos espécimes

- A- Debridamento e alargamento radicular com limas Flexo File #15 á #40 e Endo[®]-PTC
- B- Irrigação com Líquido de Dakin (Solução de Hipoclorito de Sódio 0,5%)
- C- Secagem dos condutos com cones de papel absorventes
- D- Impermeabilização das raízed com verniz ácido resistente
- E- Radiografia final

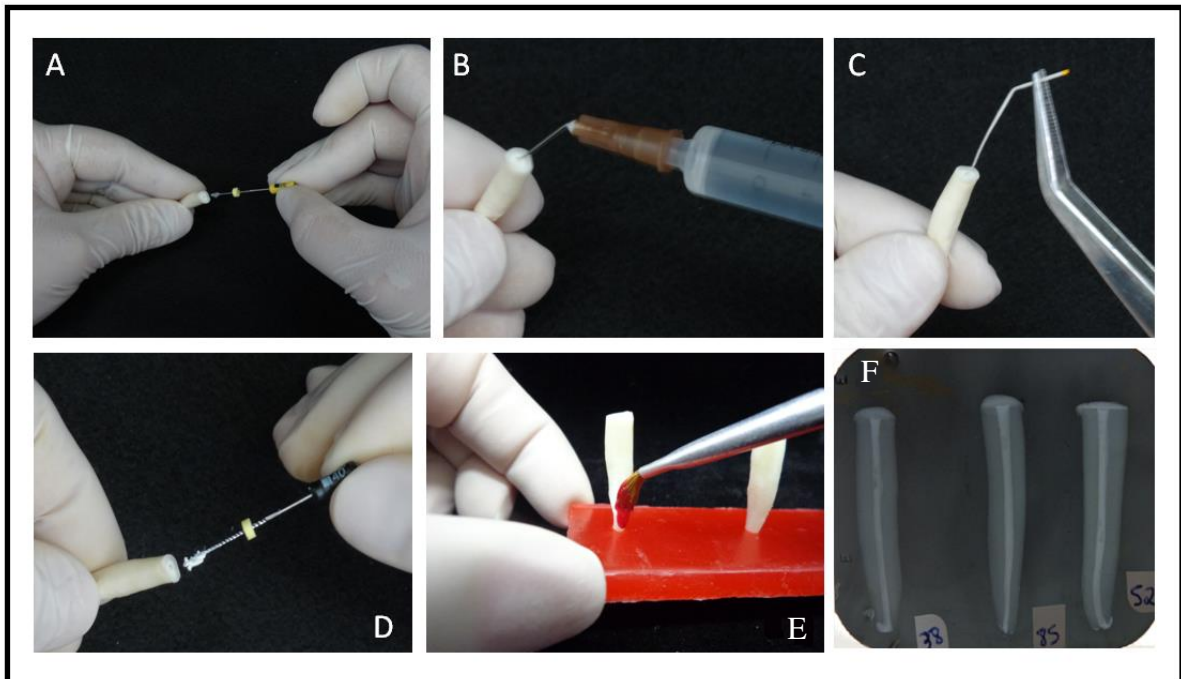


Figura 5. Ilustração do selamento terço coronário dos espécimes

A- Restauração no terço cervical. Primeiramente foi realizado o condicionamento do esmalte e dentina com ácido fosfórico 37% (Scotchbond™ - 3M ESPE, Saint Paul, Minnesota, EUA) durante 15 segundos, em seguida, as raízes foram secas com penso de algodão (secagem por capilaridade), logo após foram feitas 2 camadas de sistema adesivo Single Bond (3M ESPE, Saint Paul, Minnesota, EUA) e fotoativado durante 10 segundos e por fim a restauração com resina composta Z250 XT - 3M ESPE (Saint Paul, Minnesota, EUA). Todos os procedimentos foram feitos de acordo com as recomendações dos fabricantes.

B- Fotoativação durante 20 segundos

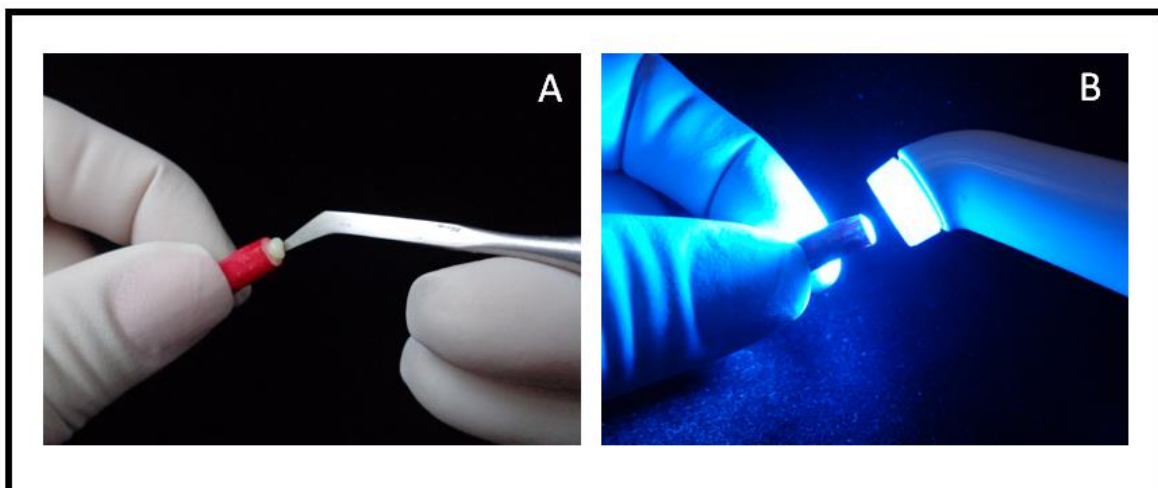


Figura 6. Ilustração do teste do escoamento horizontal

- A- Proporção utilizada dos materiais obturadores manipulados
- B- Seringa tipo insulina (1ml)
- C- Aplicação do material no centro da placa de vidro
- D- Colocação de uma segunda placa de vidro sobre o material
- E- Colocação do peso de 100g
- F- Diâmetro formado
- G- Mensuração com paquímetro digital (Mitutoyo, Suzano, São Paulo, Brasil)

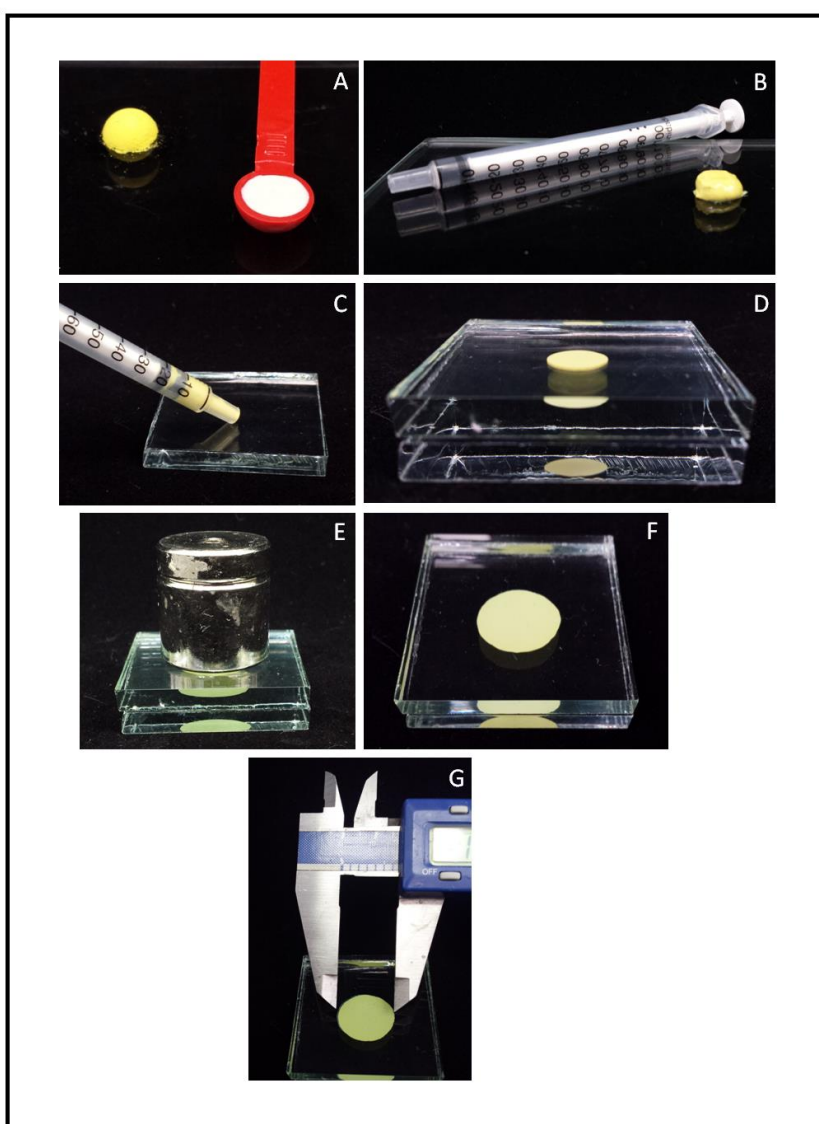


Figura 7. Ilustração do teste de solubilidade

- A- Aparelho de Micro-Tomografia Computadorizada (SkyScan 1178; Bruker; Billerica, Massachusetts, EUA)
- B- Software próprio do Micro-CT (SkyScan 1178; Bruker; Billerica, Massachusetts, EUA)
- C- Software *CTan* (CTanv1.11.10.0, SkyScan)

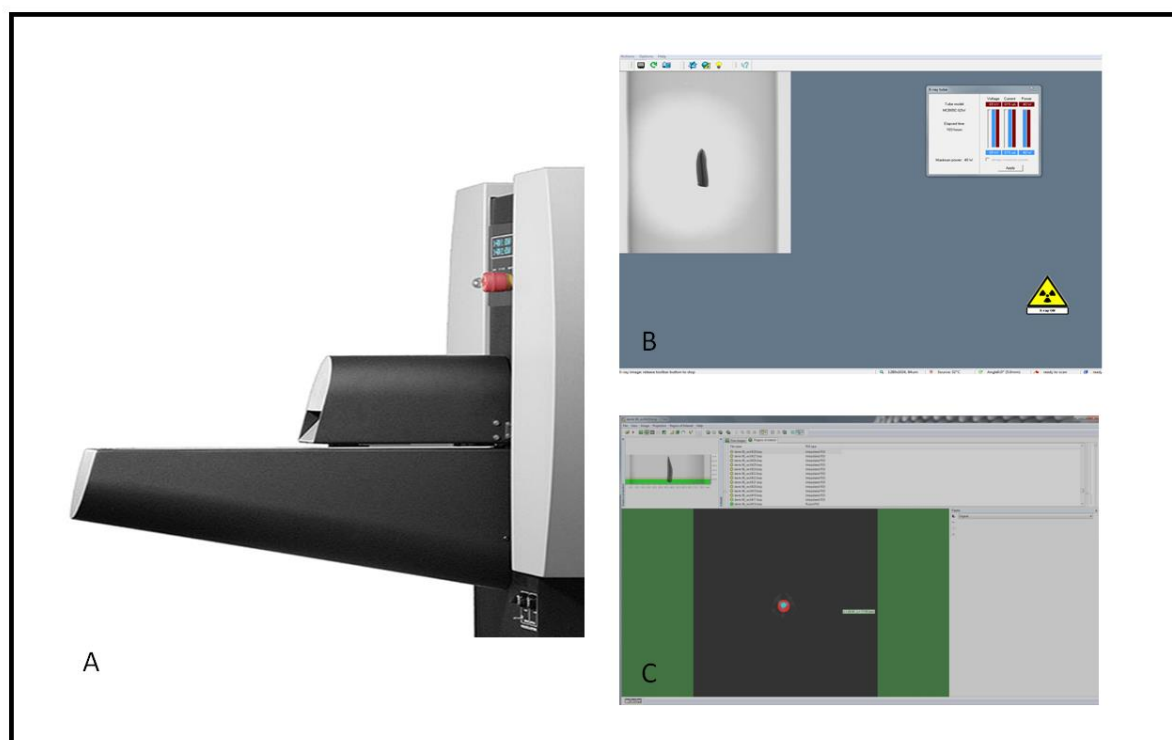


Figura 8. Ilustração do teste da radiopacidade

- A- Aparelho de raio-X Focus® (Instrumentarium Imaging, Tuusula, Finlândia)
- B- Distância focal de 30 cm
- C- Posicionamento da escala de alumínio e do dente no sensor digital (Instrumentarium Imaging, Tuusula, Finlândia)
- D- Exemplificação do *Software Image J 1.49*

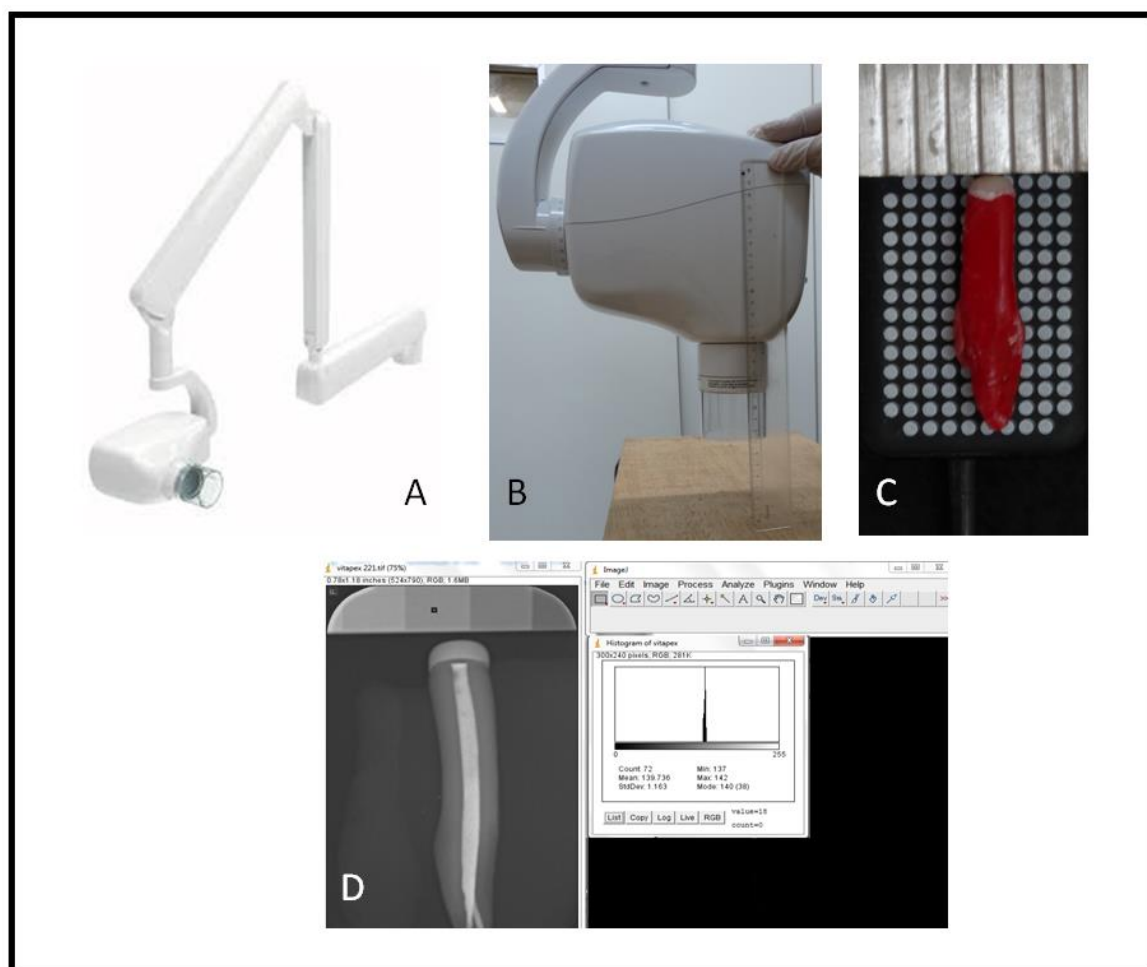


Figura 9. Ilustração do teste de liberação de íons hidroxila

- A- pHmêtro digital (Orion 3 Star pH Benchtop, Thermo Electron Corporation, Waltham, Massachusetts, USA)
- B- Tubo falcon contendo o 15 ml de água destilada e o dente em suspensão
- C- Calibração do eletrodo com padrões de pH 7,0 e 4,0
- D- Mensuração do pH da amostra

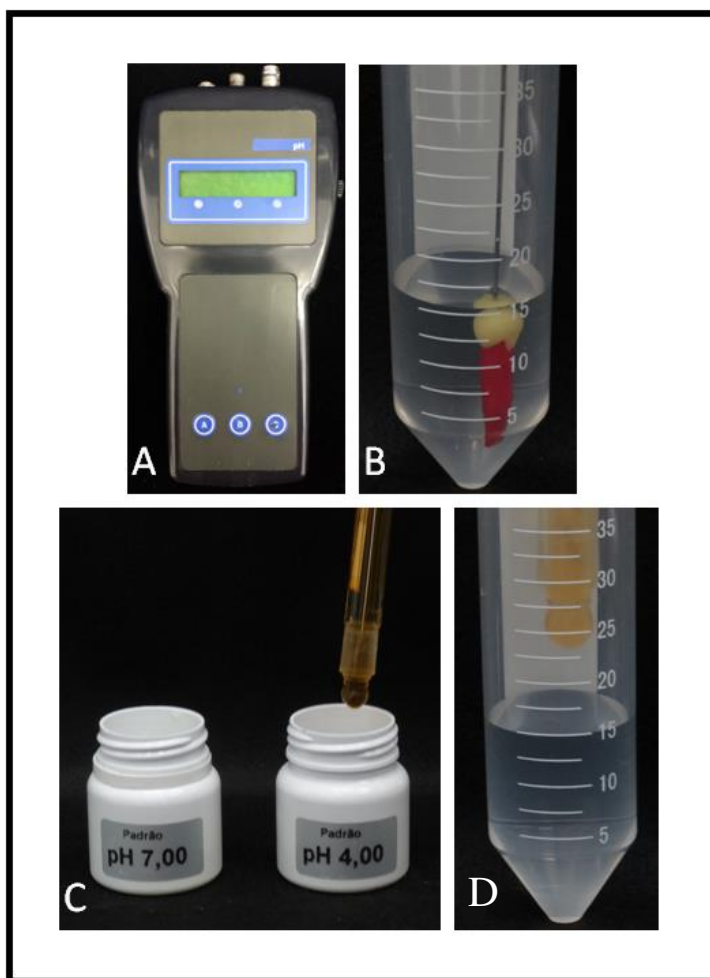


Figura 10. Ilustração do teste de liberação de íons cálcio

- A- Espectrofotômetro (Thermo Scientific Multiskan® Spectrum, Waltham, Massachusetts, EUA)
- B- Kit Arsenazo Liquiform (Labtest Diagnostic, São Paulo, Brasil)
- C- Tubo falcon contendo 15 ml de água destilada e o dente em suspensão
- D- Preenchimento da placa de 96 poços com Arsenazo Liquiform (Labtest Diagnostic, São Paulo, Brasil) de acordo com quantidade de amostras por leitura
- E- Padrão de cálcio (Labtest Diagnostic, São Paulo, Brasil)
- F- Colocação no primeiro poço do *blank* (Água Mili-Q), no segundo o padrão de cálcio Labtest Diagnostic, São Paulo, Brasil) e a partir do terceiro as amostras em duplicata

