

JACY RIBEIRO DE CARVALHO JÚNIOR

***AVALIAÇÃO DA RADIOPACIDADE E DE PROPRIEDADES
FÍSICO-QUÍMICAS DOS MATERIAIS OBTURADORES
DE CANAIS RADICULARES***

Tese apresentada à Faculdade de Odontologia de
Piracicaba, da Universidade Estadual de
Campinas, para a obtenção do Título de Doutor
em Materiais Dentários.

PIRACICABA
2006

i

**BIBLIOTECA CENTRAL
DESENVOLVIMENTO
COLEÇÃO
UNICAMP**

Prof. Dr. Mário Alexandre Coelho Sinhoreti
Prof. Dr. Jesus Djalma Pécora
Prof. Dr. Sérgio de Freitas Pedrosa

JACY RIBEIRO DE CARVALHO JÚNIOR

***AVALIAÇÃO DA RADIOPACIDADE E DE PROPRIEDADES
FÍSICO-QUÍMICAS DOS MATERIAIS OBTURADORES
DE CANAIS RADICULARES***

Tese apresentada à Faculdade de Odontologia de
Piracicaba, da Universidade Estadual de
Campinas, para a obtenção do Título de Doutor
em Materiais Dentários.

Orientador: Prof. Dr. Lourenço Corrêa Sobrinho
Co-Orientador: Prof. Dr. Manoel D. Sousa Neto

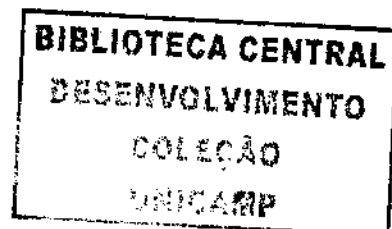
Banca Examinadora:
Prof. Dr. Lourenço Corrêa Sobrinho
Prof. Dr. Simonides Consani
Prof. Dr. Mário Alexandre Coelho Sinhoreti
Prof. Dr. Jesus Djalma Pécora
Prof. Dr. Sérgio de Freitas Pedrosa

PIRACICABA
2006

Este exemplar foi devidamente corrigido,
de acordo com a resolução CCPG 036/83.

CPG, 16.108.2006

Assinatura do Orientador



UNIDADE 80
Nº CHAMADA TJUNICAMP
C253a
V EX
TOMBO BC/ 69929
PROC 16.123-06
C D X
PREÇO 11,00
DATA 11/09/06
Nº CPD

BIB ID. 256315

**FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA
BIBLIOTECA DA FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA**
Bibliotecário: Marilene Girello – CRB-8ª. / 6159

C253a Carvalho Júnior, Jacy Ribeiro de.
Avaliação da radiopacidade e de propriedades físico-químicas dos materiais obturadores de canais radiculares. / Jacy Ribeiro de Carvalho Júnior. -- Piracicaba, SP : [s.n.], 2006.

Orientadores: Lourenço Correr Sobrinho, Manoel D. Sousa Neto.

Tese (Doutorado) – Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Odontologia de Piracicaba.

1. Materiais dentários. 2. Solubilidade. I. Correr Sobrinho, Lourenço. II. Sousa Neto, Manoel D. III. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Odontologia de Piracicaba. IV. Título. (mg/fop)

2006.07.05

Título em Inglês: Evaluation of the radiopacity and physical-chemistry properties of the root canal filling materials
Palavras-chave em Inglês (Keywords): 1. Dental materials. 2. Solubility
Área de Concentração: Materiais Dentários
Titulação: Doutor em Materiais Dentários
Banca Examinadora: Lourenço Correr Sobrinho, Simonides Consani, Mário Alexandre Coelho Sinhoreti, Jesus Djalma Pécora, Sérgio de Freitas Pedrosa
Data da Defesa: 13-07-2006
Programa de Pós-Graduação: Materiais Dentários



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA



A Comissão Julgadora dos trabalhos de Defesa de Tese de DOUTORADO, em sessão pública realizada em 13 de Julho de 2006, considerou o candidato JACY RIBEIRO DE CARVALHO JÚNIOR aprovado.

A handwritten signature in black ink, appearing to read "Lourenço", written over a horizontal line.

PROF. DR. LOURENÇO CORRER SOBRINHO

A handwritten signature in black ink, appearing to read "Sérgio", written over a horizontal line.

PROF. DR. SÉRGIO DE FREITAS PEDROSA

A handwritten signature in black ink, appearing to read "Jesus", written over a horizontal line.

PROF. DR. JESUS DJALMA PÉCORÁ

A handwritten signature in black ink, appearing to read "Mario", written over a horizontal line.

PROF. DR. MARIO ALEXANDRE COELHO SINHORETI

A handwritten signature in black ink, appearing to read "Simonides", written over a horizontal line.

PROF. DR. SIMONIDES CONSANI

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho aos **meus pais**,

Jacy Ribeiro de Carvalho e Maria Lúcia Batista, pela forma como conduziram minha educação, com seriedade e compromisso, e por incentivar-me sempre, mesmo que meus sonhos parecessem distantes da realidade.

Aos **meus irmãos, Adriano Batista de Carvalho e Rodrigo Batista de Carvalho**, por nossa amizade e por estarem presentes em todos os momentos de minha vida.

A **minha noiva, Marcela Batista Pereira**, pelo carinho, cumplicidade, paciência, estímulo e compreensão durante essa fase, em que eu estive um pouco ausente.

AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

A Deus, por dar sentido a minha vida.

A Nossa Senhora Virgem Maria, por Seus cuidados de Mãe, cobrindo meus caminhos com Seu “Manto Sagrado” e, por ser minha intercessora junto a Seu Filho.

Ao **Prof. Dr. Lourenço Correr Sobrinho**, Titular da Área de Materiais Dentários (Departamento de Odontologia Restauradora, da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, Universidade Estadual de Campinas), pela confiança e oportunidade; pela atenção e hospitalidade com que me recebeu em Piracicaba; por permitir que a relação orientador/orientado se transformasse em amizade; pela forma segura com que conduziu a orientação dessa Tese; e, acima de tudo, pelo apoio para que o meu sonho, de seguir a carreira docente, se tornasse realidade.

Ao **Prof. Dr. Manoel D. Sousa Neto**, Coordenador do Curso de Pós-Graduação em Odontologia da Universidade de Ribeirão Preto - UNAERP, pela amizade; pelas inúmeras oportunidades; por aceitar co-orientar essa Tese e pela forma como a conduziu; pelos ensinamentos, estímulos, críticas, incentivos e apoio durante todas as etapas de minha vida acadêmica; e, por permitir que eu vivenciasse atividades extracurriculares, que hoje são essenciais para minha carreira profissional.

AGRADECIMENTOS

À Universidade Estadual de Campinas, em especial à Direção da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, na pessoa do Diretor **Prof. Dr. Thales Rocha de Mattos Filho** e do Diretor Associado **Prof. Dr. Mário Fernando de Góes**.

Aos **Professores**, da área de Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, Universidade Estadual de Campinas, **Prof. Dr. Simonides Consani**, **Prof. Dr. Mário Fernando de Góes**, **Prof. Dr. Lourenço Correr Sobrinho** e **Prof. Dr. Mário Alexandre Coelho Sinhoreti**, pelo convívio agradável; pela formação didática e científica; e pelo profissionalismo com que essa equipe conduz a pós-graduação, deixando claro o porquê de ser referência na área de Materiais Dentários.

À **Profa. Dra. Regina Maria Puppim Rontani**, da área de Odontopediatria da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, Universidade Estadual de Campinas, pelo incentivo; pelo convite para compor a Banca Examinadora da Monografia de Conclusão de Curso de Especialização em Odontopediatria, de uma de suas orientadas, sendo essa, a minha primeira participação em bancas examinadoras; e, principalmente, por contribuir para a minha formação como Doutor.

Ao **Prof. Dr. Sérgio de Freitas Pedrosa**, Diretor do Curso de Odontologia da Universidade Católica de Brasília – UCB, pela oportunidade e confiança; pela seriedade com que conduz o Curso de Odontologia; e por apoiar a minha qualificação profissional.

À **Profa. Dra. Cristina F. P. R. Paschoalato**, do Laboratório de Recursos Hídricos da Universidade de Ribeirão Preto – UNAERP, pela paciência, pela contribuição científica e análise das amostras no espectrofotômetro de absorção atômica.

À **pesquisadora Susanna Lacey**, membro do *Biomaterials and Biomimetics Research Group, Department of Biomaterials and Conservative Dentistry, GKT Dental Institute, King's College London*, de Londres, Reino Unido, pela contribuição científica.

Ao **Prof. Gustavo Mendonça**, pelas orientações durante a etapa de análise estatística dos dados.

A **todos os mestres**, por tudo o que me ensinaram e contribuíram para minha formação profissional.

Aos **Professores, Prof. José Francisco Gonçalves Júnior, Profa. Carla Santana de Miranda e Prof. Marcos Pôrto de Arruda**, da disciplina de Endodontia do Curso de Odontologia da Universidade Católica de Brasília, pela amizade, pelo apoio incondicional e, principalmente, pela disposição imediata para enfrentar os obstáculos e encontrar soluções.

Ao **Prof. Marcos Arruda**, Coordenador dos Cursos de Especialização e Aperfeiçoamento em Endodontia da Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Goiás, por nossa amizade, pelo incentivo e pelas oportunidades.

Aos **funcionários do laboratório**, da área de Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, Universidade Estadual de Campinas, **Selma Aparecida Barbosa de Souza Segalla** e Engenheiro **Marcos Blanco Cangiani**, pela atenção, paciência e seriedade que realizam seu trabalho.

Aos colegas de Pós-graduação da área de Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, Universidade Estadual de Campinas, **Ana Flávia, Cíntia, Juliana, Américo, Luiz Felipe, Marcelo, Osvaldo, Ricardo, Rubens Tango, Vinícius, Daniela, Eliane, Gisele, Luciana, Mirela, Mônica, Roberta, Danilo, Eduardo, Evandro Piva, Giovani, Leonardo, Rogério e Rubens Garcia**, pela convivência agradável e pelo companheirismo durante o curso.

À **Profa. Melissa Andreia Marchesan**, por nossa amizade e por estar sempre disposta a ajudar.

À **Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES)**, pelos recursos cedidos.

A **minha tia Maria Auxiliadora Batista** e ao **meu tio Oto Antônio Ribeiro de Carvalho**, pela amizade e apoio incondicional.

Aos **demaís familiares**, que sempre torceram por mim.

Ao amigo, **Emerson de Moraes e Silva**, pelo constante incentivo.

A todos que direta ou indiretamente colaboraram para a realização deste trabalho.

Meus Sinceros Agradecimentos.

EPÍGRAFE

*“Tudo quanto puderes fazer, ou creias
poder, comece. A ousadia tem gênio,
poder e magia.”*

Goethe

SUMÁRIO

RESUMO	1
ABSTRACT	3
1. INTRODUÇÃO GERAL	5
2. PROPOSIÇÃO	8
3. CAPÍTULOS:	9
3.1. Capítulo 1: <i>Evaluation of the radiopacity of root canal filling materials using direct digital image processing</i>	9
3.2. Capítulo 2: <i>Solubility and dimensional change following setting of root canal sealers: proposition of smaller dimensions for test samples</i>	23
4. CONSIDERAÇÕES GERAIS	48
5. CONCLUSÕES GERAIS	51
REFERÊNCIAS	52
ANEXO	57
Detalhamento de material e métodos	57
a) Avaliação da radiopacidade de materiais obturadores de canais radiculares por meio da digitalização direta de imagens	57
b) Solubilidade e alteração dimensional pós-presa de cimentos obturadores de canais radiculares: proposta de menores dimensões para os corpos-de-prova	63
Carta de apresentação para envio do artigo	77

RESUMO

No presente estudo, dois experimentos, com base na Especificação nº 57 para materiais obturadores de canais radiculares da *American National Standard/American Dental Association* (ANSI/ADA), foram realizados. No primeiro experimento, foi avaliada a radiopacidade dos cimentos AH Plus™, Endofill®, EndoREZ™ e Epiphany™, e de cones de gutta-percha Dentsply-Maillefer® e Resilon™, por meio da digitalização direta de imagens (sistema de imagem digital Digora™). Placas de acrílico, contendo 6 orifícios (5 mm de diâmetro x 1 mm de espessura), foram preenchidas com os materiais, posicionadas juntamente com um penetrômetro de alumínio, padronizada pela Especificação nº 57 da ANSI/ADA, e radiografadas a uma distância foco-objeto de 30 cm, com tempo de exposição de 0,2 s. As médias das densidades radiográficas de cada material foram obtidas em escala de cinza. Os valores decrescentes de densidade radiográfica dos materiais estudados foram: Resilon™ (214,28), AH Plus™ (206,42), gutta-percha (199,04), Epiphany™ (188,04), Endofill® (180,34) e EndoREZ™ (178,18). No segundo experimento, foi avaliado se a redução do volume de material obturador de canal radicular necessário para a confecção de corpos-de-prova para os testes de solubilidade e alteração dimensional pós-presa possibilitaria a execução dos testes e atenderia as exigências da Especificação nº 57 da ANSI/ADA. Inicialmente, determinou-se a densidade dos corpos-de-prova padronizados (ANSI/ADA), para o teste de solubilidade e para o teste de alteração dimensional pós-presa, utilizando-se o cimento Endofill®. Após a determinação da densidade, moldes, de menores dimensões, foram confeccionados e divididos em 6 grupos para cada um dos testes. Os moldes originais, padronizados pela Especificação nº 57 da ANSI/ADA, foram utilizados como grupo controle. Para a confecção dos corpos-de-prova, foram utilizados os cimentos AH Plus™ e Endofill®. Para solubilidade, os corpos-de-prova foram divididos em grupos, sendo estes imersos em volumes de água destilada e deionizada diferenciados, de acordo com a massa do corpo-de-prova: GS1 (20 x 1,5 mm, imerso em 50 ml de água destilada, estabelecido pela ANSI/ADA); GS2 (14,14 x 1,5 mm, 25 ml); GS3 (10 x 1,5 mm, 12,5 ml); GS4 (8,94 x 1,5 mm, 10 ml); GS5 (7,75 x 1,5 mm, 7,5 ml); GS6

(6,32 x 1,5 mm, 5 ml); GS7 (4,47 x 1,5 mm, 2,5 ml). Dois corpos-de-prova, de cada grupo, foram pesados, em conjunto, antes de serem imersos em água destilada e deionizada, e armazenados a 37°C, por 24 h. Após esse período, foram secos e pesados novamente. A solubilidade foi calculada pela perda de massa do conjunto (em %) e a água destilada utilizada foi submetida à espectrofotometria de absorção atômica, para análise da presença dos íons Zn e Ca. Para alteração dimensional pós-presa, os seguintes grupos foram formados: GAD1 (12 x 6 mm, imerso em 30 ml de água destilada, estabelecido pela ANSI/ADA); GAD2 (6,09 x 6 mm, 15,22 ml); GAD3 (4,48 x 6 mm, 11,19 ml); GAD4 (3,58 x 6 mm, 8,96 ml); GAD5 (6,04 x 4 mm, 6,72 ml); GAD6 (4,03 x 4mm, 4,48 ml); GAD7 (3,58 x 3 mm, 2,24 ml). Após a mensuração do comprimento, com micrômetro, as amostras foram imersas em água destilada a 37°C, por 30 dias, removidas, secas e mensuradas novamente. Com os comprimentos iniciais e finais, determinou-se a variação percentual para cada grupo. Para o teste de solubilidade, houve correlação entre a massa inicial e a diferença entre massas inicial e final para os diferentes grupos. O cimento Endofill® apresentou valor médio de solubilidade estatisticamente superior ao AH Plus™ (1,55% e 0,06%, respectivamente). Para alteração dimensional pós-presa, houve correlação entre o comprimento inicial e a diferença entre comprimentos inicial e final para os diferentes grupos. O cimento Endofill® apresentou contração (0,56%) e o AH Plus™, expansão (0,62%). Concluiu-se que os cimentos AH Plus™, Endofill®, EndoREZ™ e Epiphany™, e de cones de guta-percha Dentsply-Maillefer® e Resilon™, apresentaram radiopacidade superior aos 3 mm de alumínio, determinados pela Especificação nº 57 da ANSI/ADA e que a redução do volume de material obturador de canal radicular necessário para a confecção de corpos-de-prova para os testes de solubilidade e alteração dimensional pós-presa, possibilitou a execução dos testes, atendendo as exigências da Especificação nº 57 da ANSI/ADA.

Palavras Chave:

1- Materiais dentários; 2- Cimentos obturadores de canal radicular; 3- Propriedades físico-químicas; 4- Radiopacidade; 5- Solubilidade; 6- Alteração dimensional pós-presa

ABSTRACT

In the present study, two experiments, according to American National Standard/American Dental Association (ANSI/ADA) Specification No. 57 for endodontic sealing materials, were performed. In the first experiment, the radiopacity of AH Plus™, Endofill®, EndoREZ™, and Epiphany™ sealers, and gutta-percha (Dentsply-Maillefer) and Resilon™ cones were evaluated using direct digital image processing (digital image Digora™ system). Acrylic plates, containing 6 wells (1 mm in depth and 5 mm in diameter), were filled with the materials, positioned together with an aluminum stepwedge, according to ANSI/ADA Specification 57, and radiographed on an object-to-focus distance of 30 cm, with exposure time of 0.2 s. The averages of radiographic densities for each material were obtained using gray scale values. The decreasing values of radiographic density of the studied materials were: Resilon™ (214.28), AH Plus™ (206.42), gutta-percha (199.04), Epiphany™ (188.04), Endofill® (180.34), and EndoREZ™ (178.18). In the second experiment, it was evaluated the possibility of decreasing the volume of material necessary for the production of test samples for solubility and dimensional change following setting tests, which comply with ANSI/ADA Specification No. 57, without committing the accuracy of the results of those methods. Initially, it was obtained the density of the standard test samples (ANSI/ADA), for solubility, and dimensional change following setting tests, using Endofill® sealer. Once original density was determined, moulds, with smaller dimensions, were prepared and divided into 6 groups, from each one of the test. The moulds standardized to ANSI/ADA Specification 57 were used as control group. To preparing of test samples, it was used AH Plus™ and Endofill® sealers. For solubility test, the test samples were divided into groups, being the samples immersed into volumes of distilled and deionized water, according to the mass of the test sample: GS1 (20 mm x 1.5 mm, immersed into 50 mL distilled water, according to ANSI/ADA); GS2 (14.14 mm x 1.5 mm, 25 mL); GS3 (10 mm x 1.5 mm, 12.5 mL); GS4 (8.94 mm x 1.5 mm, 10 mL); GS5 (7.75 mm x 1.5 mm, 7.5 mL); GS6 (6.32 mm x 1.5 mm, 5 mL); GS7 (4.47 mm x 1.5 mm, 2.5 mL). Two test samples of each group, were weighted, in set, before being

immersed in distilled and deionized water, and stored at 37°C, for 24 h. After this time, they were dried and weighted again. The solubility was calculated using the weight loss (%) and the distilled water was evaluated through atomic absorption spectrometry analysis, to verify the presence of Zn, and Ca ions. For dimensional change following setting test, the following groups were performed: GDC1 (12 x 6 mm, immersed into 30 mL distilled water, according to ANSI/ADA); GDC2 (6.09 x 6 mm, 15.22 mL); GDC3 (4.48 x 6 mm, 11.19 mL); GDC4 (3.58 x 6 mm, 8.96 mL); GDC5 (6.04 x 4 mm, 6.72 mL); GDC6 (4.03 x 4mm, 4.48 mL); GDC7 (3.58 x 3 mm, 2.24 mL). After height measurement using a micrometer, the test samples were immersed into distilled water, and stored at 37°C, for 30 days, removed, dried and measured again. With initial and final heights, it was established the percentage variation for each group. For solubility test, there was correlation between the initial mass and the difference among initial and final masses for the different groups. The Endofill® sealer presented mean value significantly higher than AH Plus™ sealer (1.55% and 0.06%, respectively). For dimensional change following setting, there was correlation between the initial height and the difference among initial and final heights for the different groups. The Endofill® sealer presented shrinkage (0.56%) and AH Plus™ sealer, expansion (0.62%). It can be concluded that AH Plus™, Endofill®, EndoREZ™, and Epiphany™ sealers, and gutta-percha (Dentsply-Maillefer) and Resilon™ cones showed radiopacity above the 3 mm of aluminum recommended by ANSI/ADA Specification 57. In addition, the volume reduction of root canal filling material necessary for the production of test samples for solubility and dimensional change following setting tests made possible the execution of the tests, following the recommendations of ANSI/ADA Specification 57.

Keywords:

1- Dental Materials; 2- Root canal filling materials; 3- Physicochemical properties; 4- Radiopacity; 5- Solubility; 6- Dimensional change following setting

INTRODUÇÃO GERAL

A associação de um cimento obturador de canal radicular à guta-percha é geralmente uma combinação utilizada para preencher todo o espaço anteriormente ocupado pela polpa radicular, inclusive as suas ramificações e os forames múltiplos, de maneira completa e compacta, selando-o hermeticamente (Hata *et al.*, 1992; Cohen & Burns, 1997) e contribuindo para a restauração e a manutenção do elemento dental na cavidade bucal.

Na busca do efetivo selamento hermético, é de fundamental importância que os materiais obturadores de canais radiculares possuam baixa solubilidade (Grossman, 1982; Carvalho-Junior *et al.*, 2003) e sofram pequena alteração dimensional (Kazemi *et al.*, 1993; Ørstavik *et al.*, 2001). Além disso, do ponto de vista clínico-radiográfico, a avaliação da qualidade da obturação depende da imagem radiográfica obtida durante e após a conclusão da terapia endodôntica, tornando a radiopacidade, uma característica indispensável para o material obturador de canal radicular (Beyer-Olsen & Ørstavik, 1981; Goldman *et al.*, 1989; Tagger & Katz, 2003).

A radiopacidade de um material obturador de canal é determinada por meio da comparação entre as densidades ópticas do referido material e das estruturas anatômicas adjacentes à obturação, principalmente, da dentina radicular, permitindo a classificação das imagens em radiolúcida ou radiopaca (Katz *et al.*, 1990).

A solubilidade de um material obturador de canal em fluidos periapicais, é uma propriedade de elevada relevância, uma vez que tanto o selamento quanto o aprisionamento permanente de bactérias no interior do sistema de canais radiculares, na maioria das vezes, depende da integridade do cimento obturador (Nguyen, 1994).

Da mesma forma, a estabilidade dimensional da obturação também é uma propriedade necessária para o adequado selamento e desempenho clínico do material (Barthel *et al.*, 1999). As alterações dimensionais dos cimentos obturadores de canal radicular com o decorrer do tempo podem provocar falhas e fendas na interface cimento/dentina ou cimento/guta-percha, fendas estas que podem apresentar espaço suficiente para permitir que microrganismos passem por sua luz (Ørstavik *et al.*, 2001).

Para a avaliação das propriedades físico-químicas dos materiais obturadores de canais radiculares, métodos de avaliação foram propostos por pesquisadores e organizações internacionais (Anusavice, 1998). Uma dessas organizações é a *American National Standard/American Dental Association* (ANSI/ADA) que, por meio de seu Conselho Científico, desenvolve, aprimora métodos e determina padrões e especificações para a avaliação das propriedades físico-químicas dos materiais dentários que apresentam significado clínico. No que se refere aos materiais obturadores de canais radiculares, o Conselho Científico da ADA determina a Especificação nº 57. Esta especificação estabelece o perfil ideal que um material obturador deve apresentar, determinando propriedades físico-químicas necessárias para que esses materiais desempenhem seu papel clínico (ANSI/ADA, 2000).

Sousa-Neto *et al.* (1999) relataram que a padronização dos métodos de pesquisa para avaliação das propriedades físico-químicas dos materiais obturadores de canais radiculares determinados pela Especificação nº 57 da ANSI/ADA, além de permitir a avaliação dessas propriedades, possibilita a reprodutibilidade tanto dos métodos quanto dos resultados e comparações mais precisas entre diferentes materiais e resultados obtidos em diferentes pesquisas.

Novas especificações são continuamente desenvolvidas para abranger áreas ainda não-normatizadas. Do mesmo modo, especificações existentes são periodicamente revisadas devido às modificações nas fórmulas dos produtos e ao aumento do conhecimento sobre o comportamento dos materiais na cavidade bucal (Anusavice, 1998).

Assim, o desenvolvimento ocorrido nas últimas décadas, no campo dos materiais obturadores, faz com que o caminho das pesquisas laboratoriais que avaliam propriedades físico-químicas seja impulsionado. Porém, trabalhos como o de Ørstavik *et al.*, em 2001, relataram que poucos estudos são encontrados na literatura a respeito das propriedades físico-químicas dos materiais obturadores, principalmente dos materiais resinosos, quando comparados com o número de estudos que avaliam o selamento marginal apical e a resistência de união à parede dentinária. Isso pode estar relacionado ao fato dos testes físico-químicos laboratoriais não simularem situações clínicas específicas, assim

como necessitarem de maior quantidade de material para a execução do teste, quando comparados a outros tipos de estudos.

Esta situação abre um precedente para a avaliação da radiopacidade de novos materiais obturadores e das propriedades de solubilidade e alteração dimensional pós-presa, todos propostos pela Especificação nº 57 para materiais obturadores de canais radiculares, da ANSI/ADA (ANSI/ADA, 2000), na tentativa de promover a racionalização dos materiais utilizados durante a execução dos métodos experimentais.

PROPOSIÇÃO*

O presente estudo teve como objetivos:

1- Avaliar a radiopacidade dos cimentos AH Plus™, Endofill®, EndoREZ™ e Epiphany™, e de cones de guta-percha Dentsply-Maillefer® e Resilon™, com base na Especificação nº 57 da *American National Standard/American Dental Association* (ANSI/ADA), por meio da digitalização direta de imagens (sistema de imagem digital Digora™).

2- Avaliar se a redução do volume de material obturador de canal radicular necessário para a confecção de corpos-de-prova para os testes de solubilidade e alteração dimensional pós-presa possibilitaria a execução dos testes e atenderia as exigências da Especificação nº 57 da *American National Standard/American Dental Association* (ANSI/ADA).

* Este formato alternativo de Tese de Doutorado foi aprovado pela **Congregação da FOP/UNICAMP**, em reunião ordinária ocorrida em 17 de dezembro de 2003, e tem como exigência mínima que pelo menos um artigo seja submetido para publicação em revista científica com classificação Qualis C Internacional.

CAPÍTULO 1

Evaluation of the radiopacity of root canal filling materials using direct digital image processing

Abstract

Aim To evaluate radiopacity of root canal filling materials using direct digital image processing, without the need to chemically process the radiographic film.

Methodology The sealers tested were: AH Plus™, Endofill®, EndoREZ™, and Epiphany™. Gutta-percha (Dentsply-Maillefer) and Resilon™ cones were also tested. Acrylic plates, containing 6 wells, measuring 1 mm in depth and 5 mm in diameter, were prepared for the test, and filled with the materials. The test samples were radiographed together with an aluminum stepwedge calibrated in millimeters, according to ANSI/ADA Specification 57. For the radiographic exposures, digital imaging plates and an X-ray machine at 70 kVp and 8 mA were used. The object-to-focus distance was 30 cm, and the exposure time, 0.2 seconds. After the laser optic reading process, the software used determined the radiographic density of the standardized areas, using gray scale values, calculating the average radiographic density for each material.

Results The decreasing values of radiopacity of the studied materials were: Resilon™ (214.28), AH Plus™ (206.42), gutta-percha (199.04), Epiphany™ (188.04), Endofill® (180.34), and EndoREZ™ (178.18).

Conclusions All materials showed radiopacity above the 3 mm of aluminum recommended by ANSI/ADA Specification 57.

Keywords: digital X-ray sensor, image-analysis program, radiopacity, root canal filling materials.

Introduction

Radiopacity is one of the properties required for intra-oral dental materials (Eliasson & Haasken 1979). Root canal sealer materials should also have proper radiopacity to allow for clear distinctions between the radiographic images of these materials and the surrounding anatomic structures (Katz *et al.* 1990), and the clinical evaluation of the quality of the obturation, which can be done only by radiographic examination (Goldman *et al.* 1989).

The radiographic image, which is a product of the laws of x-ray absorption by the material, shows a set of areas represented by different shades varying between black and white, with an intermediate range of radiographic shadows. The variation in these radiographic shadows, allows the image to be classified as radiolucid or radiopaque. However, there is no precise limit between these two classes, and many times the classification of an image into radiolucid or radiopaque is done by comparing the image to the optical density of the surrounding areas, which serve as a background to the image (Wuehrmann & Manson-Hing 1981). To determine radiopacity of root canal sealer materials, American National Standard/American Dental Association (ANSI/ADA) Specification No. 57 for endodontic sealing materials (ANSI/ADA 2000) establishes that these materials must have a radiopacity not less than that equivalent to 3 mm of aluminum; that the radiographic images must be obtained by the chemical processing of radiographic film, using developing and fixation solutions, rinsing and drying; and that the lucency must be evaluated by an optical densitometer.

Tagger & Katz, in 2003, proposed a method to evaluate the radiopacity of root canal sealers by digitalizing the chemically processed radiographic films and using specialized radiographic software and hardware, eliminating the need for an optical densitometer. Radiographic software allows for a more detailed analysis of the digital image, which is shown on a computer screen, and can be evaluated graphically or by the gray pixel value, which is a numerical value given to represent the different shades between black and white that vary from 0 to 255 pixels, where 0 represents the color black and 255 the color white (Nummikoski *et al.* 1992, Wagner & Schneider 1992, Wenzel 1993).

However, to chemically process radiographic film it is necessary to use developing and fixation fluids, as well as to dry the film, which is time consuming (McDonnell & Prince 1993) and adds steps to the process that may negatively interfere in the final quality of the radiographic image (Syriopoulos *et al.* 2000). In the attempt to eliminate the chemical processing of the radiographic film during the evaluation of the radiopacity of resin composites, Silveira (2002) used storage phosphor images enhanced with Digora™ software (Digora™ system, Soredex Orion, Finland), a direct digital image processing of radiographic images. This author reported that the comparison among the radiopacity of the different composites by the digital system, revealed satisfactory, since it presents by numerical values.

The objective of this study was to evaluate the radiopacity of AH Plus™, Endofill®, EndoREZ™, and Epiphany™ sealers, and gutta-percha and Resilon™ cones, using direct digital image processing, eliminating the need to chemically process the radiographic film.

Materials and methods

The tested materials along with the manufacturer are listed in Table 1.

Five acrylic plates (2.2 cm x 4.5 cm x 1 mm), containing 6 wells measuring 1 mm in depth and 5 mm in diameter (Fig. 1A), were prepared and placed over a glass plate covered by cellophane sheet. Sealers were introduced in 4 of the wells, according to the manufacturers' recommendations, which were filled immediately after the sealer was mixed. The powder/liquid ratio for the zinc oxide-eugenol-based sealer, Endofill®, was obtained as described by Sousa-Neto (1999). The application of the sealers was done with the use of a syringe to avoid the appearance of bubbles. EndoREZ™ and Epiphany™ sealers were used to fill the wells with their respective applicators. Another glass plate covered with cellophane was placed on top of the sealer and the excess sealer removed, once set. Each of the wells was filled with one of the tested sealers, following a sequence according to the setting time of the material, from the longest setting time to the shortest, so that the samples would be ready for radiographic evaluation after the final simultaneous

setting of the materials. Each plate with the sealers was kept in a chamber at 37°C and 95% relative humidity during the setting time of the materials. Gutta-percha and Resilon™ cones were warmed and adapted into the two remaining wells. The root canal filling materials were placed on the acrylic plates in the same position to standardize and locate the materials during the radiopacity analysis.

Digital radiography

Each one of the acrylic plates containing the root canal filling materials was positioned along side the other acrylic plate (1.3 cm x 4.5 cm x 1 mm), containing an aluminum stepwedge, made of 1100 alloy, with thickness varying from 1 to 10 mm, in uniform steps of 1 mm each (ANSI/ADA 2000), at the time of the radiographic exposure (Fig. 1A). This set of acrylic plates, which corresponds to the size of a radiography digital sensor (phosphorous plate), from the Digora™ system (Soredex Orion Corporation, Finland), was placed in front of this sensor for digital radiography (Fig. 1B). Care was taken to place the samples next to the aluminum stepwedge and in the middle of the sensor.

Radiographic images of the root canal filling samples and the aluminum stepwedge, were obtained using the Spectro 70X X-ray machine (Dabi Atlante, Ribeirão Preto, SP, Brazil), at 70 kVp and 8 mA. The object-to-focus distance was 30 cm (ANSI/ADA 2000) and the exposure time was 0.2 seconds. A voltage stabilizer was used to standardize the voltage of the X-ray machine.

For the perfect positioning of the sensor and to assure that the incidence and the object-to-focus distance were standardized, an acrylic device with metallic holders was prepared, following a model proposing for Silveira (2002). This device kept the head of the X-ray machine fixed in the same position, which had its central beam directed at a 90° angle to the surface of the acrylic plates/sensor set (Fig. 2). A rectangular collimator (Dabi Atlante, Ribeirão Preto, SP, Brazil), 3 cm x 4 cm in height was attached at the extremity of the cylinder to diminish the possible secondary radiation resulting from the focal distance. Prior to the radiographic exposures, the X-ray machine with the sensor was calibrated, so that the radiation dose would be standardized according to the Digora for Windows 5.1 software that performed the readings.

Evaluation of the radiopacity

The sensor, stabilized after the radiographic exposure, was introduced in the laser optic reader of the Digora™ system, which transformed the analogical signal into digital. A radiographic digital image can be seen in Figure 3. The Digora™ for windows 5.1 software allows for the density quantification of the radiologic image (densitometric analysis), or rather, the radiopacity of a specific material, based on the gray pixel value, thus, showing intermediate shades of gray directly on the computer screen. This reading was always taken with the standard image, without manipulating density and/or contrast. The radiographic densities of the standardized areas were determined, using gray scale values, thus calculating the average radiographic density for each material and the aluminum stepwedge steps.

This procedure was repeated three times, and the average was calculated for each material. Data were presented using descriptive statistical (Table 1).

Results

The decreasing values of radiopacity (radiographic density) found to the studied materials were: Resilon™ (214.28), AH Plus™ (206.42), gutta-percha (Dentsply-Maillefer™) (199.04), Epiphany™ (188.04), Endofill® (180.34), and EndoREZ™ (178.18). For steps of the stepwedge, the values of radiographic densities were: 1 mm (79.98), 2 mm (110.15), 3 mm (132.47), 4 mm (149.81), 5 mm (163.20), 6 mm (174.31), 7 mm (183.30), 8 mm (190.67), 9 mm (195.66), and 10 mm (196.88) (Table 1). All materials showed radiopacity above the 3 mm of aluminum recommended by ANSI/ADA Specification 57.

Discussion

ANSI/ADA Specification No. 57 establishes that radiopacity of root canal filling materials must be determined by the comparison mean of a disc sample, obtained from a stainless steel ring mould (10 mm in diameter and 1 mm in height), with an aluminum stepwedge. Radiographic film of speeds according to groups D or E, and an X-ray machine capable of producing radiation at (65 ± 5) kV and 10 mA are needed to obtain a radiographic image. After developing, fixating, and drying the radiographic film, the optical density of the sample's image must be compared with the aluminum stepwedge using the optical densitometer (ANSI/ADA 2000).

The proposed experimental model used an X-ray digital periapical sensor, which captured the radiographic image, and sent the digital image directly to the computer screen after its reading. This system does not need conventional periapical radiographic film or its chemical processing, thus, saving time (McDonnell & Prince 1993) and decreasing stages that could interfere in the final radiographic quality (Dubrez *et al.* 1992, Gurdal & Akdeniz 1998, Syriopoulos *et al.* 2000). Furthermore, it was verified that one of the radiographic films, from group D, recommended by ANSI/ADA Specification No. 57 (ANSI/ADA 2000) is no longer available on the market. To get the image, the sensor needs a smaller exposure time to radiation than the radiographic film, only 0.2 seconds (Horner *et al.* 1990, Sanderink 1993, Wenzel 1993). Also, the image is processed, stored, and evaluated entirely on the same machine, eliminating the use of an optical densitometer for evaluation.

Acrylic, transparent, radiolucid, and low-cost plates were used in the preparation of the test samples. The wells made in the acrylic plates were decreased from 10 mm, according to ANSI/ADA Specification No. 57 (ANSI/ADA 2000), to 5 mm, reducing the volume of material used for the preparation of the sample, and allowing for more samples to be placed in the central part of the X-ray digital periapical sensor. According to Tagger & Katz (2003), this smaller diameter well and, consequently, smaller surface available for evaluation is largely compensated by the main advantage of the method used, where the image can be meticulously examined and directly measured on the

computer screen with a large magnification. This makes it possible to choose a representative homogeneous area for measurement, differently from the method that used an optical densitometer, in which three distant regions must be measured to balance out the effect of the localized irregularities not seen by the naked eye. Disposable syringes were used to place the sealers inside the wells, allowing for the decrease in air bubbles inside the sealer material.

The X-ray machine chosen for this study was 70 kVp and 8 mA. Beyer-Olsen & Ørstavik (1981) observed that at higher voltages, a greater number of materials could be measured. They selected 70 kVp as the ideal kilovoltage and found that the length of exposure and amperage affected only the darkening of the radiograph and not the contrast or the latitude. Latitude, most closely aligned with contrast, is the range of thickness that can be transferred or recorded on a radiograph within the useful reading range of film density. A high contrast has little latitude whereas a low contrast film will have great latitude.

Photodensitometry can measure optic density, which refers to the passage of light through the radiograph, whereas in digitalization we can obtain the radiographic density directly, because the shades of gray are determined directly by the software (McDavid *et al.* 1994). Dubrez *et al.* (1992) compared digital analysis and photodensitometry and found that both show results at the same level of preciseness.

Digital images can be processed to determine details that do not appear on nondigitalized film. On a film, the human eye can distinguish between 16 and 24 shades of gray, whereas a digital system can differentiate between 256 different shades of gray (Farman & Scarfe 1994). The digital image has a spatial resolution smaller than that of the processed radiographic film and a greater contrast resolution. Spatial resolution increases according to the increase in the number of pixels in the image. The contrast resolution is defined by the number of shades of gray. Therefore, the smaller the number of shades of gray the greater the contrast (McDavid *et al.* 1994, Chen & Hollender 1995).

The decreasing values of radiopacity of the studied materials were Resilon™, AH Plus™, gutta-percha, Epiphany™, Endofil® , and EndoREZ™. An analysis of the formulations of the materials studied showed that all have radiopacifier agents, compatible

with high atomic weight substances (molecular weight, Mw), which according to Goshima & Goshima (1989) determines the radiopacity of the material. Resilon™ consists of thermoplastic synthetic polymer (polyester) based cones containing low fusion polycaprolactones and urethane dimethacrylate (UDMA; Mw = 470) as an outer polymeric sheath. Resilon™ is a substitute material, in place of the gutta-percha, to be used with a metacrylate resin based sealer. Bioactive glass, barium sulphate, bismuth oxychloride and 'red iron oxide' are incorporated as fillers in both the inner core and outer sheath. The filler amount is approximately 65% by weight (Jia 2005), what can explain its higher radiopacity. The AH Plus™, a two component paste root canal sealer, based on polymerization reaction of epoxy resin-amines (Cohen *et al.* 2000), contains zirconium oxide, into two pastes, which contributes to its having a greater radiopacity in relation to the other sealers tested (Tanomaru *et al.* 2004). Gutta-percha cones have radiopacifier agents as barium sulfate and zinc oxide (Gurgel-Filho *et al.* 2003). Epiphany™, is a metacrylate resin based sealer, containing ethoxylate bisphenylglycidyl dimethacrylate (BisGMA; Mw = 512), UDMA, and hydrophilic dysfunctional metacrylates, associated with particles charged with calcium hydroxide, barium sulfate, and silicon, with a high atomic weight or in greater concentration. The total filler content in the sealer is approximately 70% by weight (Leonard *et al.* 1996). Endofill®, a zinc oxide-eugenol-based sealer, has barium sulphate, zinc oxide, and bismuth subcarbonate (Kooper *et al.* 2003). EndoREZ™, a methacrylate (UDMA; Mw = 470) based endodontic sealer with fillers, which is a hydrophilic two-part chemical set material (Zmener *et al.* 2005).

Aluminum is used for making the stepwedge because this material has a linear absorption coefficient similar to that of enamel, relating the similarity in the variation of aluminum to hydroxyapatite (Williams & Billington 1987; Goshima & Goshima 1989). When the averages of the sealers' radiographic densities were compared to the steps in the aluminum stepwedge, all materials showed a radiopacity greater than 10 mm of aluminum, the highest value on the stepwedge. It can be concluded, using direct digital image processing, that all the materials studied are according to ANSI/ADA Specification No. 57 (ANSI/ADA 2000), showing radiopacity above 3 mm of aluminum.

Acknowledgments

The authors thank CAPES for supporting this study.

References

- ANSI/ADA (2000) *Specification No.57 Endodontic Sealing Material*, Chicago, USA.
- Beyer-Olsen EM, Ørstavik D (1981) Radiopacity of root canal sealers. *Oral Surgery Oral Medicine Oral Pathology* **51**, 320-8.
- Chen SK, Hollender L (1995) Digitizing of radiographs with a flatbed scanner. *Journal of Dentistry* **23**, 205-8.
- Cohen BI, Pagnillo MK, Musikant BL, Deutsch AS (2000) An in vitro study of the cytotoxicity of two root canal sealers. *Journal of Endodontics* **26**, 228-9.
- Dubrez B, Jacot-Descombes A, Pun T, Cimasoni G (1992) Comparison of photodensitometric with high-resolution digital analysis of bone density from serial dental radiographs. *Dentomaxillofacial Radiology* **21**, 40-4.
- Eliasson ST, Haasken B (1979) Radiopacity of impression materials. *Oral Surgery Oral Medicine Oral Pathology* **47**, 485-91.
- Farman AG, Scarfe WC (1994) Pixel perception and voxel vision: constructs for a new paradigm in maxillofacial imaging. *Dentomaxillofacial Radiology* **23**, 5-9.
- Goldman M, Simmonds S, Rush R. (1989) The usefulness of dye-penetration studies reexamined. *Oral Surgery Oral Medicine Oral Pathology* **67**, 327-32.
- Goshima T, Goshima Y (1989) The optimum level of radiopacity in posterior composite resins. *Dentomaxillofacial Radiology* **18**, 19-21.

Gurdal P, Akdeniz BG (1998) Comparison of two methods for radiometric evaluation of resin-based restorative materials. *Dentomaxillofacial Radiology* **27**, 236-9.

Gurgel-Filho ED, Andrade Feitosa JP, Teixeira FB, Monteiro de Paula RC, Araújo Silva JB, Jr, Souza-Filho FJ (2003) Chemical and X-ray analyses of five brands of dental gutta-percha cone. *International Endodontic Journal* **36**, 302-7.

Horner K, Shearer AC, Walker A, Wilson NH (1990) Radiovisiography: an initial evaluation. *British Dental Journal* **168**, 244-8.

Jia WT (2005) *Dental filling material*. United States Patent & Trademark Office, United States Patent Application 20050066854, March 31, 2005.

Katz A, Kaffe I, Littner M, Tagger M, Tamse A (1990) Densitometric measurement of radiopacity of Gutta-percha cones and root dentin. *Journal of Endodontics* **16**, 211-3.

Kopper PMP, Figueiredo JAP, Della Bona A, Vanni JR, Bier CA, Bopp S (2003) Comparative *in vivo* analysis of the sealing ability of three endodontic sealers in post-prepared root canals. *International Endodontic Journal* **36**, 857-63.

Leonard JE, Gutmann JL, Guo IY (1996) Apical and coronal seal of roots obturated with a dentine bonding agent and resin. *International Endodontic Journal* **29**, 76-83.

McDavid WD, Welander U, Sanderink GC, Dove SB, Tronje G (1994) A simple method for measuring MTF in direct digital intraoral radiography. Technical note. *Oral Surgery Oral Medicine Oral Pathology* **78**, 802-5

McDonnell D, Price C (1993) An evaluation of the Sens-A-Ray digital dental imaging system. *Dentomaxillofacial Radiology* **22**, 121-6.

Nummikoski PV, Martinez TS, Matteson SR, McDavid WD, Dove SB (1992) Digital subtraction radiography in artificial recurrent caries detection. *Dentomaxillofacial Radiology* **21**, 59-64.

Sanderink GC (1993) Imaging: new versus traditional technological aids. *International Dental Journal* **43**, 335-42.

Silveira GP (2002) *Comparative study of the radiopacity of the light-cured dental composite resins of high or low flowable, using digital image*. Doctoral Thesis. São Paulo: School of Dentistry, University of São Paulo: 91-96.

Syriopoulos K, Sanderink GC, Velders XL, van der Stelt PF (2000) Radiographic detection of approximal caries: a comparison of dental films and digital imaging systems. *Dentomaxillofacial Radiology* **29**, 312-8.

Tagger M, Katz A (2003) Radiopacity of endodontic sealers: development of a new method for direct measurement. *Journal of Endodontics* **29**, 751-5.

Tanomaru JMG, Cezare L, Gonçalves M, Tanomaru-Filho M (2004) Evaluation of the radiopacity of root canal sealers by digitization of radiographic images. *Journal of Applied Oral Science* **12**, 355-7.

Wagner IV, Schneider W (1992) Computer-aided quality assurance in oral health care: the image of electronic radiographs. *Dentomaxillofacial Radiology* **21**, 195-7.

Wenzel A (1993) Computer-aided image manipulation of intraoral radiographs to enhance diagnosis in dental practice: a review. *International Dental Journal* **43**, 99-108.

Williams JA, Billington RW (1987) A new technique for measuring the radiopacity of natural tooth substance and restorative materials. *Journal of Oral Rehabilitation* **14**, 267-9.

Wuehrmann AH, Manson-Hing LR (1981) *Dental Radiology*. 5th.ed. St. Louis: Mosby, p. 508.

Zmener O, Pameijer CH, Macri E (2005) Evaluation of the apical seal in root canals prepared with a new rotary system and obturated with a methacrylate based endodontic sealer: an in vitro study. *Journal of Endodontics* **31**, 392-5.

Table 1 - Root canal filling materials, radiographic densities of materials and steps of aluminum stepwedge.

Filling materials (manufacturer)	Radiographic density (Mean $\pm$ SD)
AH Plus (DeTrey/Dentsply, Konstanz, Germany)	206.42 $\pm$ 4.06
Endofill (Dentsply-Latin America, Petropolis, Brazil)	180.34 $\pm$ 3.82
EndoREZ (Ultradent Products Inc, South Jordan, UT)	178.18 $\pm$ 3.17
Epiphany (Pentron Clinical Technologies, Wallingford CT)	188.04 $\pm$ 6.70
Gutta-percha (Dentsply-Latin America, Petropolis, Brazil)	199.04 $\pm$ 6.16
Resilon (Pentron Clinical Technologies, Wallingford CT)	214.28 $\pm$ 2.56
Steps of aluminum stepwedge	
1 mm	79.98 $\pm$ 10.35
2 mm	110.15 $\pm$ 7.83
3 mm*	132.47 $\pm$ 6.71
4 mm	149.81 $\pm$ 5.97
5 mm	163.20 $\pm$ 5.20
6 mm	174.31 $\pm$ 4.90
7 mm	183.30 $\pm$ 4.23
8 mm	190.67 $\pm$ 4.01
9 mm	195.66 $\pm$ 3.39
10 mm	196.88 $\pm$ 3.87

*The ANSI/ADA Specification No. 57 recommends that all root canal filling materials shall show a radiopacity not less than that equivalent to 3 mm of aluminum.

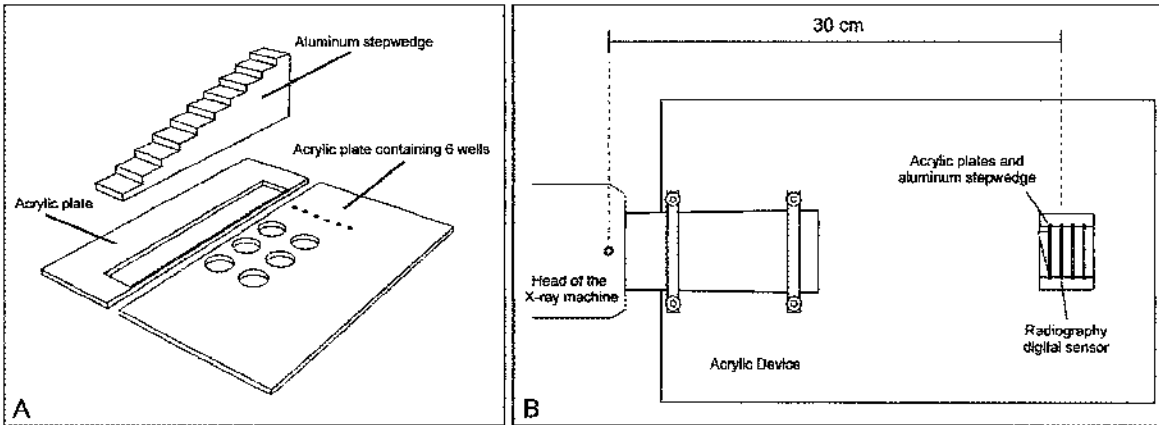


Figure 1 – A) Experimental setup with the aluminum stepwedge and wells for root canal filling materials. B) Upper view of experimental setup which keeps the head of the X-ray machine central beam fixed at 30 cm and 90° angle to the surface of the acrylic plates/sensor set.

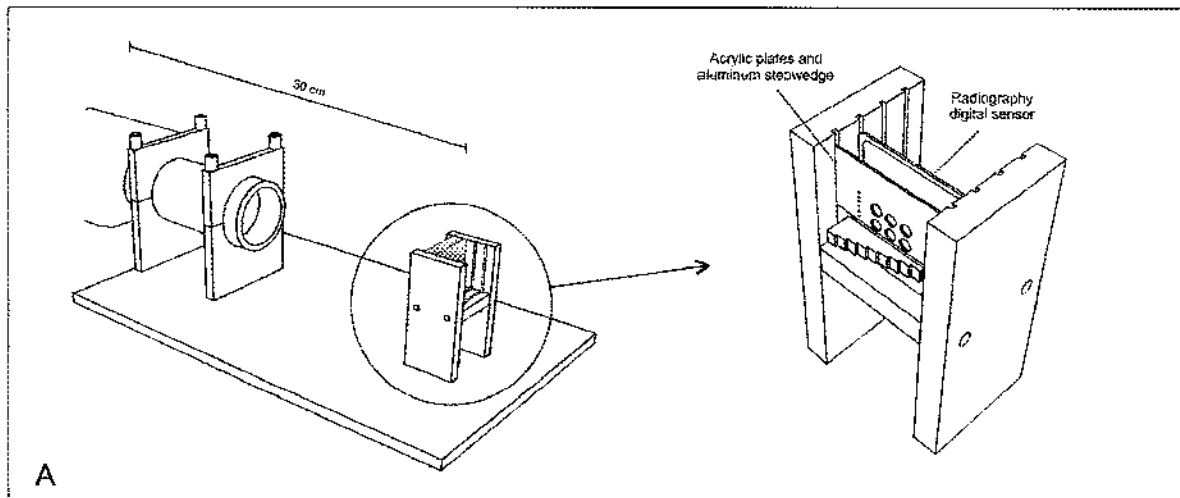


Figure 2 – A) Lateral view of the experimental setup used to fix X-ray machine central beam and the acrylic plates/sensor set. Detail view of the experimental setup with the aluminum stepwedge, wells for root canal filling materials and radiography digital sensor.

CAPÍTULO 2

Solubility and dimensional change following setting of root canal sealers: proposition of smaller dimensions for test samples

Abstract

Aim To evaluate the possibility of decreasing the volume of material necessary for the production of test samples for solubility and dimensional change following setting tests, which comply with ANSI/ADA Specification No. 57, without committing the accuracy of the results of those methods.

Methodology Initially, it was obtained the density of the standard test samples (ANSI/ADA), for solubility, and dimensional change following setting tests, using Endofill® sealer. Once original density was determined, moulds, with smaller dimensions, were prepared and divided into 6 groups, from each one of the test. Smaller volumes of distilled and deionized water (DDW), according to mass of the new test samples, were also proposed. The moulds standardized to ANSI/ADA Specification 57 were used as control group. To preparing of the samples, it was used AH Plus™ and Endofill® sealers. For the solubility test, two samples from each group were weighted, before being immersed in DDW, and stored at 37°C, for 24 h. They were then dried and weighted again. The solubility was calculated using the weight loss (%) of the samples and the distilled water was evaluated through atomic absorption spectrometry analysis, to verify the presence of Zn, and Ca ions. For analysis of dimensional change, the height of test samples were measured, using a micrometer before and after immersion in DDW (37°C) for 30 days. The percentage variation for each group was calculated according to initial and final heights.

Results For solubility test, there was correlation between the initial mass and the difference among initial and final masses for the different groups. The Endofill® sealer presented mean value significantly higher than AH Plus™ sealer (1.55% and 0.06%, respectively). For dimensional change following setting, there was correlation between the initial height

and the difference among initial and final heights for the different groups. The Endofill® sealer presented shrinkage (0.56%) and AH Plus™ sealer, expansion (0.62%).

Conclusions The volume reduction of root canal filling material necessary for the production of test samples for solubility and dimensional change following setting tests preserved the original characteristics of the methods following the recommendations of ANSI/ADA Specification 57.

Keywords: ANSI/ADA Specification No. 57, solubility test, dimensional test, physicochemical properties.

Introduction

Amongst the essential physicochemical properties for a root canal filling material to promote the hermetical seal of root canal system are solubility (Schäfer & Zandbiglari 2003), and dimensional stability (Carvalho-Junior *et al.* 2003). The high solubility of a root canal sealer may result in structural loss to the oral environment or periapical fluid. This loss of material will create lack of integrity in the sealer, permitting easy access for bacteria penetration (Nguyen 1994). Shrinkage is a dimensional change characteristic mainly of resin-based sealers, and may result in gaps and voids along the sealer/dentine or sealer/gutta-percha interface (Ørstavik *et al.* 2001). These spaces may provide an environment for bacterial colonization and a pathway for microorganisms and their byproducts into the periapical tissues, damaging the endodontic sealing (Nguyen 1994).

For evaluation of the properties of solubility and dimensional change following setting of root canal sealers, experimental methods have been proposed by researchers and international organizations. McMichen *et al.* (2003) utilized copper cylindrical matrices (5 mm in diameter, 3 mm in height) that were filled with a root canal sealer, preweighed, immersed in distilled and deionized water, removed from the solution after 48 hours, and dried to be weighed again and checked for solubility. Kaplan *et al.* (1997) used moulds with dimensions recommended by the International Standard ISO 6876 (20 mm in

diameter, 1.5 mm in height) to prepare test samples and quantitatively evaluate the degradation of root canal sealers in water. These authors also conducted a qualitative evaluation, using polyethylene tubes (6 mm in length, 0.5 mm in internal diameter) filled with the sealers. The surfaces of the sealers, exposed at the extremities of the tubes, were evaluated by microscope prior to and after being immersed in water. For evaluation of dimensional change following setting, Kazemi *et al.* (1993) injected the sealers studied, in thin layers, on the internal walls of U-shaped form glass pipettes with an internal diameter of 1 mm in diameter. Deionized water was added to the pipettes, and the water meniscus levels were read for 180 days. On the other hand, Ørstavik *et al.* (2001) used moulds that produced cylindrical test samples (6 mm in diameter, 12 mm in height) according to the International Standard ISO 6876, for the evaluation of dimensional change following setting of root canal sealers. The American National Standard/American Dental Association (ANSI/ADA) also has standards on how to evaluate these properties, such as Specification No. 57 (ANSI/ADA, 2000). This standard establishes for solubility test that the test samples of the materials to be tested must be prepared using moulds of 20 mm in diameter and 1.5 mm in height, and that two test samples must be preweighed, immersed in distilled water for 24 hours, dried, and weighed once again. For the dimensional change following setting test, cylinders of 6 mm in diameter and 12 mm in height must be used for the preparation of sealer test samples, which must have their height measured, immersed in distilled water for 30 days, removed from the solution, dried, and measured for their height again. The number of repetitions for this procedure established by this standard is 5 times for each material tested. ANSI/ADA Specification No. 57 for root canal filling materials was used by Sousa-Neto *et al.* (1999), Carvalho-Junior *et al.* (2003), Arruda *et al.* (2005), and Versiani *et al.* (2006).

However, Ørstavik *et al.* (2001) related that few studies have been conducted evaluating dimensional change of root canal sealers. The same has been observed for the properties of solubility and disintegration, when compared to studies that evaluate apical or coronary microleakage and micro-retention to root canal dentine. This can be related to the fact that these physicochemical laboratory tests do not simulate specific clinical situations, and that they require a larger quantity of material to carry them out.

The aim of the present study was to evaluate the possibility of decreasing the volume of material necessary for both solubility and dimensional change following setting tests, which comply with ANSI/ADA Specification No. 57 (ANSI/ADA, 2000), without committing the accuracy of the results of those methods.

Materials and methods

Determination of the test sample density for solubility test

Previous determination of test sample density was necessary for the proposed preparation of test samples with smaller dimensions. Values for mass and volume of the test sample were needed to determine value for density because the density of a body is the relation of its mass to its volume. The test sample was weighed to determine mass. Volume was calculated by using the following simple calculation using the dimensions of the original test sample (1.5 mm thick and 20 mm internal diameter), according to ANSI/ADA Specification No. 57 (ANSI/ADA 2000): $V = [(\pi \cdot D^2)/4] \cdot L$ (V = volume; π = 3.1415; D = diameter; L = height).

For determination of the mass of the test sample, a zinc oxide-eugenol-based sealer (Endofill[®], Dentsply-Latin America, Petropolis, RJ, Brazil) was used. A 1.5-mm-thick cylindrical Teflon[®] mould measuring 20 mm in inner diameter was filled with the material and mixed according to the manufacturer's directions. The powder/liquid ratio for the Endofill[®] sealer was obtained as described by Sousa-Neto (1999). The mould was supported by a glass plate of larger dimensions than the mould and covered with a cellophane sheet. The mould was filled to a slight excess, an impermeable nylon thread was placed inside the material and another glass plate, also covered with cellophane film, was positioned on the mould and pressed manually in such a way that the plates touched the entire mould in a uniform manner. The assembly was placed in a chamber with 95% relative humidity at 37°C. The assembly was left to stand for a period corresponding to three times the setting time (Sousa-Neto *et al.* 1999), and the samples were removed from the mould. The samples were weighed (accuracy of 0.0001 g) three times on an HM-200

precision scale (Bradford, MA, USA). These steps were repeated five times, and then average mass of the test sample was determined (Table 1).

Once volume (471.23 mm^3) and mass (1 g) of the test sample were determined, another simple mathematical calculation was carried out to determine the density of the test sample: $d = m/V$ (d = density; m = mass; V = volume), which became constant for solubility test samples.

New mould dimensions for solubility test

The standard test samples (1.5 mm thick and 20 mm internal diameter) obtained with the mould determined by ANSI/ADA Specification No. 57 (ANSI/ADA 2000) were classified as Group S1. Cylindrical Teflon[®] moulds were used for all groups. Thus, in light of the results for mass (1 g) and density (0.002122 g/mm^3) of the standard test sample, 6 new measurements of the test samples were proposing according to the suggested mass. In Group S2, a test sample with mass of 0.50 g was suggested, and a new volume and a new internal diameter were determined for the mould (Table 1).

Therefore, the samples with 1.5 mm thickness and 14.14 mm diameter were classified as Group S2. Group S3 was composed of test samples with a suggested mass of 0.25 g (1.5 mm thickness and 10 mm diameter); Group S4 was composed of samples with a mass of 0.20 g (1.5 mm thickness and 8.94 mm diameter); Group S5 composed of samples with mass of 0.15 g (1.5 mm thickness and 7.75 mm diameter); Group S6 composed of samples with mass of 0.10 g (1.5 mm thickness and 6.32 mm diameter); and finally Group S7 composed of samples with mass of 0.05 g (1.5 mm thickness and 4.47 mm diameter) (Fig. 1). The measurements for solubility test samples are presented in Table 1.

Determination of the test sample density for dimensional change following setting test

In order to prepare the test samples with smaller dimensions for the dimensional change following setting test, the density of a test sample prepared following the Specification No. 57 (ANSI/ADA, 2000) was calculated, similar to what was done for the solubility test. The test sample was weighed to determine the mass, and to calculate the test sample volume, the weight was added to the following mathematic formula using the

standard dimensions of the test sample (12-mm high and 6 mm in diameter): $V = [(\pi \cdot D^2)/4] \cdot L$ (V = volume; $\pi = 3.1415$; D = diameter; L = height).

A Teflon[®] mould with two cylindrical wells was prepared for the production of test samples, measuring 12-mm high cylindrical and 6 mm in diameter. The mould was placed on a 1-mm thick, 25-mm wide, and 75-mm long glass plate wrapped with a fine cellophane sheet. The zinc oxide-eugenol-based sealer, Endofill[®], was used to determine the mass of the test sample. Endofill[®] was mixed according to the manufacturer's directions and was injected into the mould up to a slight excess of material on its upper end. A glass slide, wrapped in cellophane, was then placed and pressed on the upper surface of the mould. The glass plate and slide were then kept firmly in place with the aid of a C-shaped clamp. Five minutes after the material was first mixed, the assembly was transferred to an incubator set at 95% relative humidity and 37°C, left to stand for a period corresponding to three times the setting time (Sousa-Neto *et al.* 1999) and then removed. The next step consisted of grinding both the ends of the mould with a 600 grit silicon carbide paper (SiC) under running distilled water to form a flat surface. The samples were then removed from the mould, and the samples were weighed (accuracy of 0.0001 g) three times on an HM-200 precision scale (Bradford, MA, USA). This process was repeated five times, and the average mass of the test sample was determined (Table 4). Once volume (339.28 mm³) and mass (0.67 g) of the test sample was determined, another simple mathematical calculation was carried out to determine the density of the test sample: $d = m/V$ (d = density; m = mass; V = volume), which became constant for dimensional change test samples.

New mould dimensions for dimensional change following setting test

The standard cylindrical test samples (12-mm high and 6 mm in diameter) obtained by the mould determined by ANSI/ADA Specification No. 57 (ANSI/ADA 2000) was classified as Group DC1. Teflon[®] moulds, with two wells, were prepared for all groups. Using the mass (0.67 g) and density (0.001975 g/mm³) results, 6 new test samples of different measurements were proposed according to the suggested mass. In Group DC2, test sample with a mass of 0.34 g was suggested and a new volume and new dimensions were determined for the mould (Table 4):

Samples measuring 6.09-mm height and 6 mm in diameter, were suggested to Group DC2. The same was made in other groups. Group DC3 was composed of test samples with a suggested mass of 0.25 g (4.48-mm height and 6 mm in diameter); Group DC4 was composed of test samples with a suggested mass of 0.20 g (3.58-mm height and 6 mm in diameter); Group DC5 was composed of test samples with a suggested mass of 0.15 g (6.04-mm height and 4 mm in diameter); Group DC6 was composed of test samples with a suggested mass of 0.10 g (4.03-mm height and 4 mm in diameter); Group DC7 was composed of test samples with a suggested mass of 0.05 g (3.58-mm height and 3 mm in diameter) (Fig. 2) The measurements for dimensional change following setting test samples are presented in Table 4.

Root canal filling materials tested

Solubility and dimensional change following setting for AH Plus™ (DeTrey/Dentsply, Konstanz, Germany) and Endofill® (Dentsply-Latin America, Petropolis, RJ, Brazil) root canal sealants were measured according to the standards of the ANSI/ADA for dental root canal sealing materials (ANSI/ADA 2000).

Solubility test

The cylindrical Teflon® moulds with the specific measurements, according to each group, were filled with the root canal sealers, stored, and the samples were removed and weighed as described above. Two samples were suspended by the nylon thread and placed inside a plastic vessel with a wide opening, containing the appropriate amount of distilled and deionized water for each group (GS1 = 50 mL; GS2 = 25 mL; GS3 = 12.5 mL; GS4 = 10 mL; GS5 = 7.5 mL; GS6 = 5 mL; GS7 = 2.5 mL) (Table 1). These values, in mL, were obtained by calculating percentages. Care was taken to avoid any contact between the samples and the inner surface of the container. Each sample was placed in a container that was sealed and left for 24 hours in a chamber at 95% relative humidity and 37°C. The samples were then removed from the vessels, rinsed with distilled and deionized water, and blot dried with absorbent paper. The distilled and deionized water was evaluated through atomic absorption spectrometry analysis as described in Standard Methods for the

Examination of Water and Waste Water of American Public Health Association - APHA, the American Water Works Association - AWWA, and the Water Environment Federation - WEF formerly Water Pollution Control Federation - WPCF) (APHA, AWWA, WPCF 1989), to verify the presence of Zn, and Ca ions. The samples were placed in a dehumidifier for 24 h and weighed again. The experiment was repeated five times for each sealer. The weight loss of each sample, expressed as percentage of the original mass, was taken as the solubility of the sealer (ANSI/ADA 2000).

Dimensional change following setting test

The Teflon[®] moulds, with two wells, prepared for the production of cylindrical test samples with specific measurements, according to each group, were filled with the material, stored, and had their ends ground, with a wet 600-grit SiC paper, to obtain a regular surface, as described above. The samples were then removed from the mould, the length measured with a digital micrometer with accuracy of 0.01 mm (Mitutoyo MTI Corporation, Tokyo, Japan) and stored in a vessel containing the appropriate amount of DDW for each group (GDC1 = 30 mL; GDC2 = 15.22 mL; GDC3 = 11.19 mL; GDC4 = 8.96 mL; GDC5 = 6.72 mL; GDC6 = 4.48 mL; GDC7 = 2.24 mL) (Table 4) at 37°C and 95% relative humidity for 30 days. A simple percentage calculation was used to reach these values in mL. The sample was then removed from the container, blot dried with an absorbent paper, and measured again for length. The percentage of the dimensional alterations, for each group, was calculated using the following formula: $[(L_{30} - L)/L] \times 100$, where L_{30} is the length of the sample after 30 days of storage under the experimental conditions and L is the initial length of the sample. The arithmetic mean of five replicates for each sealer was recorded as the dimensional alteration of the cement tested.

Statistical analysis

When normality tests applied to the original data of percentage variation of solubility and dimensional change following setting indicated that distribution was not normal, the Kruskal-Wallis test was used. Significance was set at level of 5%. The

statistical program SPSS 11.0 (SPSS Inc., Chicago, Ill, USA) (Norman & Streiner 2000) was used.

For the correlation among the initial mass and the difference among the initial and final masses, for solubility test; and among the initial high and the difference among the initial and final highs, for dimensional change following setting test, the Pearson's coefficient of correlation was applied, with significance set at level of 5%, by statistical program SPSS 11.0 (SPSS Inc., Chicago, Ill, USA) (Norman & Streiner 2000).

Results

Solubility test

The reduction, in volume for GS2 in relation to GS1 was about 50%. The relation for GS3 to GS1 was about 75%; for GS4 to GS1 was 80%; for GS5 to GS1 was 85%; for GS6 to GS1 was 90%; and for GS7 to GS1 was 95%.

For solubility test, there was a correlation between the initial mass and the difference among initial and final masses for the different groups of both sealers tested (Fig. 3 and 4).

ANSI/ADA Specification 57 states that a root canal cement should not exceed 3% by mass when the solubility of the set material is tested. Endofill® as well as AH Plus™ showed results within the permitted limits set by ANSI/ADA standardization. The Kruskal-Wallis test showed a statistically significant difference between the sealers tested ($p < 0.05$). The values of solubility for Group S7 of Endofill® sealer showed higher statistically ($p < 0.05$) when compared to other groups of Endofill® sealer. The Endofill® sealer presented mean value significantly higher than AH Plus™ sealer (1.55% and 0.06%, respectively) (Table 2 and Fig. 5).

Dimensional change following setting test

The reduction in volume, occurred among the test samples for GDC2 in relation to GDC1 was 49.3%. For GDC3 to GDC1 was 62.7%; for GDC4 to GDC1 was 70.2%; for GDC5 to GDC1 was 77.6%; for GDC6 to GDC1 was 85.1%; and for GDC7 to GDC1 was 92.5%.

For dimensional change following setting, there was correlation between the initial high and the difference among initial and final highs for the different groups of both sealers tested (Figs. 5 and 6).

The ANSI/ADA (2000) requirements for this test states that the mean linear shrinkage of the sealer shall not exceed 1% or 0.1% in expansion. The Kruskal-Wallis test showed a statistical difference between the sealers tested ($p < 0.05$). The Endofill® sealer presented shrinkage (0.56%) and AH Plus™ sealer, expansion (0.62%) (Table 4 and Fig. 7). AH Plus™ sealer did not conform to the ANSI/ADA standardization.

Discussion

Not only the technique, but also the quality of the material used is crucial for successful dental treatment. Much research has been carried out in the field of Endodontics in order to produce a material capable of hermetically sealing the root canal system (Mendonça *et al.* 2000). Physicochemical properties such as solubility and dimensional change following setting of the root canal filling materials are associated with the integrity and dimensional stability of the root canal wall/sealer or sealer/gutta-percha interface, being directly associated to the desired hermetical sealing at the conclusion of the endodontic treatment (Ørstavik *et al.* 2001, Carvalho-Junior *et al.* 2003).

The standardization of research methods for evaluation of physicochemical properties of root canal filling materials allows evaluating those already existing on the market, to develop new products, to reproduce methods, results, and make more reliable comparisons of the various materials and the data obtained in different studies (Sousa-Neto *et al.* 1999). Due to the fact that ANSI/ADA Specification No. 57 is a standard that is constantly being revised (ANSI/ADA 2000), and the tendency to use new type of root canal

filling materials, as resin-based sealers, which contemporary Endodontics is going through, this study proposed to decrease the dimensions of the test samples for the solubility and dimensional change following setting tests. It was proposed in an attempt to rationalize the quantity of materials necessary to conduct the tests. To do so, the original density of the test samples stated by the standards for each test was determined and kept constant for each new test sample with smaller dimensions, maintaining the characteristics of the original test sample. The zinc oxide-eugenol-based sealer was chosen for the determination of the density of the test sample for both studied tests because it is a material that their physiochemical properties has been very studied along its history as a root canal sealer (Grossman 1976, Benatti *et al.* 1978, Branstetter & Von Fraunhofer 1982, Sousa-Neto *et al.* 1999, Lacey *et al.* 2005). The proportion of the quantity of distilled water to the mass of the test sample was kept constant as the dimensions of the test samples decreased. This was also done to maintain the standardization of the method.

For the solubility test, the decrease in dimensions of the test samples showed to be satisfactory, not showing correlation only in the results of Group S7 for Endofill[®], a zinc oxide-eugenol-based sealer. This fact may be explained by the difficulty in removing this type of sealer test sample from the mould, because this material has a low cohesive strength and thus, becomes crumbly (Anusavice 1998) when it undergoes stress, resulting in cracks, fragments, or breaking of the test sample. This cracking was also verified in some samples of Group S6 for Endofill[®] sealer. The use of a nylon thread to suspend the test sample was proposed with the objective to impair the contact of test sample with the walls of the vessel and to increase higher contact area of sealer with distilled water (Sousa-Neto *et al.* 1999). For the AH Plus[™] sealer, no difficulties were verified in the removal of the test samples, probably due to higher cohesive strength of epoxy resin-based sealers (Sousa-Neto *et al.* 2002). It can be suggested the use of the moulds of the Group S5 (1.5 mm thickness and 7.75 mm diameter), for preparing the test samples for the solubility test. These moulds make possible an 85% reduction, in volume, of necessary material when compared with the test sample recommended to ANSI/ADA Specification 57 (ANSI/ADA 2000). In this group, it was not verified difficulty in the process of removal of test sample of the mould, for Endofill[®] sealer.

The solubility results shown by Endofill® sealer may be explained due to the continuous loss of eugenol from the cement matrix by lixiviation, decomposing the balance between this matrix and eugenol (Wilson & Batchelor 1970). As for AH Plus™ sealer, its low solubility could not be explained due to the lack of knowledge about the chemical characteristics of this material (Shafer & Zandbiglari 2003). However, the performance of this epoxy resin based sealer may be related to the characteristics of its resinous matrix, formed after the polymerization of the material, more resistant to the solubility. Since solubility is the ability of a substance to dissolve in another, expressed as the concentration of saturated solution of the former in the latter (Sousa-Neto *et al.* 1999), it is important to analyze the liquid used in the solubility test using atomic absorption spectrometry analysis (Versiani *et al.* 2006). This study verified the proportions of the Zn, and Ca ions released in the distilled water used in solubility test by the test samples, which were immersed in different quantities according to the mass of the test sample. The samples of distilled water, mainly of the smallest test samples of Endofill® presented higher Zn ion mean release when compared to the test samples larger dimensions (Table 3). In Endofill® sealer groups, the test samples had cracked during the removal from the mould and it can explain the large amount of sealer fragments at the bottom of the recipient used to store the test samples. The Zn, and Ca ions release may be explained due to composition of both sealers. Endofill®, is powder/liquid cement composed by zinc oxide, hydrogenated resin, bismuth subcarbonate, sodium borate, barium sulfate, eugenol, and sweet almond oil. AH Plus™ is a paste/paste cement composed by epoxy resin, calcium tungstate, zirconium oxide, aerosil, iron oxide, adamantane amine, N,N'-dibenzyl-5-oxa-nonandiamine-1,9, TCD-Diamine, silicone oil.

For dimensional change following setting test, the decrease in measurements of test samples was satisfactory, maintaining proportional results for all groups regardless of the sealer used. These results can probably be explained by the mould in two pieces joined by two screws, which facilitated the removal of the test samples, preventing the test sample cracking even if it was a zinc oxide eugenol based sealer. It can be suggested the use of the moulds of the Group DC7 (3.58-mm height and 3 mm in diameter), for preparing the test samples for the dimensional change following setting test. These moulds make possible an

92.5% reduction, in volume, of necessary material when compared with the test sample recommended to ANSI/ADA Specification 57 (ANSI/ADA 2000).

The results of dimensional change to Endofill® sealer may be related to its solubility, which could have affected the dimensional stability, promoting its small shrinkage (Shafer & Zandbiglari 2003). For AH Plus™ sealer, its expansion can be explained by the water sorption of epoxi resin after polymerization (Phillips 1991), since ANSI/ADA Specification No. 57 (ANSI/ADA 2000) determines that test samples should only be immersed in water after setting/polymerization (Ørstavik *et al.* 2001). Thus, the polymerization shrinkage of AH Plus™ sealer had already occurred when the sample was immersed in distilled water.

With the proposed decreased in dimensions of test samples of solubility and dimensional change tests determined by ANSI/ADA Specification No. 57 (ANSI/ADA 2000), we could also decrease, in volume, the amount of material necessary for these type of tests. Most important, this was established keeping the correlation among results of the different groups tested. Thus, the volume reduction of root canal filling material necessary for the production of test samples for evaluation of these physicochemical properties preserved the original characteristics of the methods following the recommendations of ANSI/ADA Specification 57.

Acknowledgments

The authors thank CAPES for supporting this study.

References

ANSI/ADA (2000) *Specification No.57 Endodontic Sealing Material*. Chicago, USA.

Anusavice KJ. *Materiais Dentários de Phillips*. 10ª ed., Rio de Janeiro, Guanabara Koogan, 1998. 412p.

APHA, AWWA, WPCF (1989) “*Standard Methods for the Examination of Water and Waste Water*”, 17th Edition.

Arruda MP, Carvalho-Junior JR, Gentil M, Sousa-Neto MD, Souza-Filho FJ, Correr-Sobrinho L (2005) Evaluation of Flow, and Dimensional Alterations of Epoxy Resin-Based Root Canal Sealer. *Oral Sciences* 1, 9-13.

Benatti O, Stolf WL, Ruhnke LA (1978) Verification of the consistency, setting time, and dimensional change of root canal filling material. *Oral Surgery Oral Medicine Oral Pathology* 46, 107-13.

Branstetter J, von Fraunhofer JA (1982) The physical properties and sealing action of endodontic sealer cements: a review of the literature. *Journal of Endodontics* 8, 312-6.

Carvalho-Junior JR, Guimarães LF, Correr-Sobrinho L, Pécora JD, Sousa-Neto MD (2003) Evaluation of solubility, disintegration, and dimensional alterations of a glass ionomer root canal sealer. *Brazilian Dental Journal* 14, 114-8.

Grossman L (1976) Physical properties of root canal cements. *Journal of Endodontics* 2, 166-75.

Kaplan AE, Goldberg F, Artaza LP, de Silvio A, Macchi RL (1997) Disintegration of endodontic cements in water. *Journal of Endodontics* 23, 439-41.

Kazemi RB, Safavi KE, Spangberg LS (1993) Dimensional changes of endodontic sealers. *Oral Surgery Oral Medicine Oral Pathology* 76, 766-71.

Lacey S, Pitt Ford TR, Watson TF, Sherrieff M (2005) A study of the rheological properties of endodontic sealers. *International Endodontic Journal* 38, 499-504.

McMichen FR, Pearson G, Rahbaran S, Gulabivala K (2003) A comparative study of selected physical properties of five root-canal sealers. *International Endodontic Journal* 36, 629-35.

Mendonça SC, Carvalho-Junior JR, Guerisoli DMZ, Pécora JD, Sousa-Neto MD (2000) In vitro study of the effect of aged eugenol on the flow, setting time and adhesion of Grossman root canal sealer. *Brazilian Dental Journal* **11**, 71-8.

Nguyen TN (1994) Obturation of the root canal system. In: Cohen S, Burns RC, eds. *Pathways of the Pulp*, 6th edn. St. Louis: Mosby, pp. 219-71.

Norman G, Streiner D (2000) *Biostatistics: The Bare Essentials*. 2nd Edition. Hamilton: BC Decker. 325 p.

Ørstavik D, Nordahl I, Tibballs JE (2001) Dimensional change following setting of root canal sealer materials. *Dental Materials* **17**, 512-9.

Phillips RW. *Skinner' science of dental materials*. 9th ed. Philadelphia: W.B. Saunders Co., 1991.

Schäfer E, Zandbiglari T (2003) Solubility of root-canal sealers in water and artificial saliva. *International Endodontic Journal* **36**, 660-9.

Sousa-Neto MD, Guimarães LF, Saquy PC, Pécora JD (1999) Effect of different grades of gum rosins and hydrogenated resins on the solubility, disintegration, and dimensional alterations of Grossman cement. *Journal of Endodontics* **25**, 477-80.

Sousa-Neto MD, Passarinho-Neto, JG, Carvalho-Junior JR, Cruz-Filho AM, Pécora JD, Saquy PC (2002) Evaluation of the effect of EDTA, EGTA and CDTA on dentin adhesiveness and microleakage with different root canal sealers. *Brazilian Dental Journal* **13**, 123-8.

Versiani MA, Carvalho-Junior JR, Padilha MIAF, Lacey S, Pascon EA, Sousa-Neto MD (2006) A comparative study of physicochemical properties of AH PlusTM and EpiphanyTM root canal sealants. *International Endodontic Journal* **39**, 464-71.

Wilson AD, Batchelor RF (1970) Zinc oxide-eugenol cements: II. Study of erosion and disintegration. *Journal of Dental Research* **49**, 593-8.

Table 1 – Test samples measurements obtained with zinc oxide-eugenol-based sealer (Grossman's sealer). for solubility test, and the distilled water volume for each group.

Test sample	Measurements					Distilled water (mL)
	Thickness (mm)	Diameter (mm)	Volume (mm ³)	Mass (g) (Grossman's sealer)	Density (g/mm ³) (Grossman's sealer)	
GS1	1.5	20.0	471.23	1.0	0.002122	50.0
GS2	1.5	14.14	235.63	0.5	0.002122	25.0
GS3	1.5	10.0	117.81	0.25	0.002122	12.5
GS4	1.5	8.94	94.25	0.20	0.002122	10.0
GS5	1.5	7.75	70.69	0.15	0.002122	7.5
GS6	1.5	6.32	47.13	0.10	0.002122	5.0
GS7	1.5	4.47	23.56	0.05	0.002122	2.5

Table 2 – Solubility of Endofill® and AH Plus™ sealers.

Mould	Sealer	Solubility (g)			
		Initial mass	Final mass	Difference	Variation*
		Mean ± SD	Mean ± SD	Mean ± SD	%
GS1	Endofill®	2.0486 ± 0.0224	2.0191 ± 0.0205	0.0295 ± 0.0022	1.44 (B)
	AH Plus™	2.8670 ± 0.0321	2.8653 ± 0.0321	0.0017 ± 0.0004	0.06 (C)
GS2	Endofill®	1.0261 ± 0.0344	1.0112 ± 0.0351	0.0148 ± 0.0019	1.45 (B)
	AH Plus™	1.2734 ± 0.0370	1.2727 ± 0.0370	0.0008 ± 0.0002	0.06 (C)
GS3	Endofill®	0.5254 ± 0.0170	0.5176 ± 0.0167	0.0078 ± 0.0007	1.49 (B)
	AH Plus™	0.6956 ± 0.0144	0.6952 ± 0.0144	0.0004	0.06 (C)
GS4	Endofill®	0.4264 ± 0.0069	0.4198 ± 0.0070	0.0066 ± 0.0013	1.54 (AB)
	AH Plus™	0.5772 ± 0.0100	0.5769 ± 0.0100	0.0004	0.06 (C)
GS5	Endofill®	0.3232 ± 0.0085	0.3182 ± 0.0085	0.0050 ± 0.0003	1.56 (AB)
	AH Plus™	0.4632 ± 0.0064	0.4630 ± 0.0063	0.0002	0.05 (C)
GS6	Endofill®	0.2220 ± 0.0067	0.2186 ± 0.0066	0.0035 ± 0.0002	1.56 (AB)
	AH Plus™	0.3057 ± 0.0040	0.3055 ± 0.0040	0.0002	0.05 (C)
GS7	Endofill®	0.1222 ± 0.0032	0.1200 ± 0.0030	0.0023 ± 0.0004	1.84 (A)
	AH Plus™	0.1598 ± 0.0051	0.1597 ± 0.0051	0.0001	0.06 (C)

* Different letters mean significant statistical difference. Kruskal-Wallis test (p<0,05).

Table 3 – Values, in µg/L, of metal ions releasing by different test samples, during the solubility test.

Metal ions	Sealer	Samples						
		GS1	GS2	GS3	GS4	GS5	GS6	GS7
Zn	Endofill®	0.85	0.57	1.99	3.45	2.31	3.55	2.15
Ca	AH Plus™	1.54	1.44	1.0	1.12	0.71	1.51	1.14

Table 4 – Test samples measurements obtained with zinc oxide-eugenol-based sealer (Grossman's sealer), for dimensional change following setting, and the distilled water volume for each group.

Test sample	Measurements					Distilled water (ml)
	Height (mm)	Diameter (mm)	Volume (mm ³)	Mass (g) (Grossman's sealer)	Density (g/mm ³) (Grossman's sealer)	
GDC1	12.0	6.0	339.28	0.67	0.001975	30.0
GDC2	6.09	6.0	172.15	0.34	0.001975	15.22
GDC3	4.48	6.0	126.58	0.25	0.001975	11.19
GDC4	3.58	6.0	101.27	0.20	0.001975	8.96
GDC5	6.04	4.0	75.95	0.15	0.001975	6.72
GDC6	4.03	4.0	50.63	0.10	0.001975	4.48
GDC7	3.58	3.0	25.32	0.05	0.001975	2.24

Table 5 – Dimensional change following setting of Endofill® and AH Plus™ sealers.

Mold	Sealer	Dimensional change (mm)			
		Initial	Final	Difference	Variation*
		Mean ± SD	Mean ± SD	Mean ± SD	%
GDC1	Endofill®	12.077 ± 0.055	12.011 ± 0.051	0.066 ± 0.011	(-) 0.55 (B)
	AH Plus™	12.072 ± 0.030	12.148 ± 0.038	0.076 ± 0.012	(+) 0.63 (A)
GDC2	Endofill®	6.176 ± 0.022	6.140 ± 0.014	0.036 ± 0.010	(-) 0.59 (B)
	AH Plus™	6.173 ± 0.033	6.211 ± 0.029	0.038 ± 0.005	(+) 0.62 (A)
GDC3	Endofill®	4.542 ± 0.036	4.519 ± 0.035	0.024 ± 0.005	(-) 0.52 (B)
	AH Plus™	4.552 ± 0.052	4.582 ± 0.055	0.030 ± 0.008	(+) 0.66 (A)
GDC4	Endofill®	3.675 ± 0.012	3.654 ± 0.012	0.021 ± 0.005	(-) 0.56 (B)
	AH Plus™	3.660 ± 0.027	3.682 ± 0.029	0.023 ± 0.004	(+) 0.62 (A)
GDC5	Endofill®	6.104 ± 0.049	6.067 ± 0.047	0.037 ± 0.010	(-) 0.60 (B)
	AH Plus™	6.139 ± 0.019	6.177 ± 0.015	0.038 ± 0.010	(+) 0.62 (A)
GDC6	Endofill®	4.107 ± 0.044	4.084 ± 0.042	0.023 ± 0.005	(-) 0.55 (B)
	AH Plus™	4.112 ± 0.057	4.137 ± 0.057	0.025 ± 0.005	(+) 0.60 (A)
GDC7	Endofill®	3.657 ± 0.021	3.636 ± 0.020	0.021 ± 0.002	(-) 0.58 (B)
	AH Plus™	3.686 ± 0.018	3.708 ± 0.020	0.022 ± 0.004	(+) 0.60 (A)

(-) shrinkage; (+) expansion.

* Different letters mean significant statistical difference. Kruskal-Wallis test ($p < 0.05$).

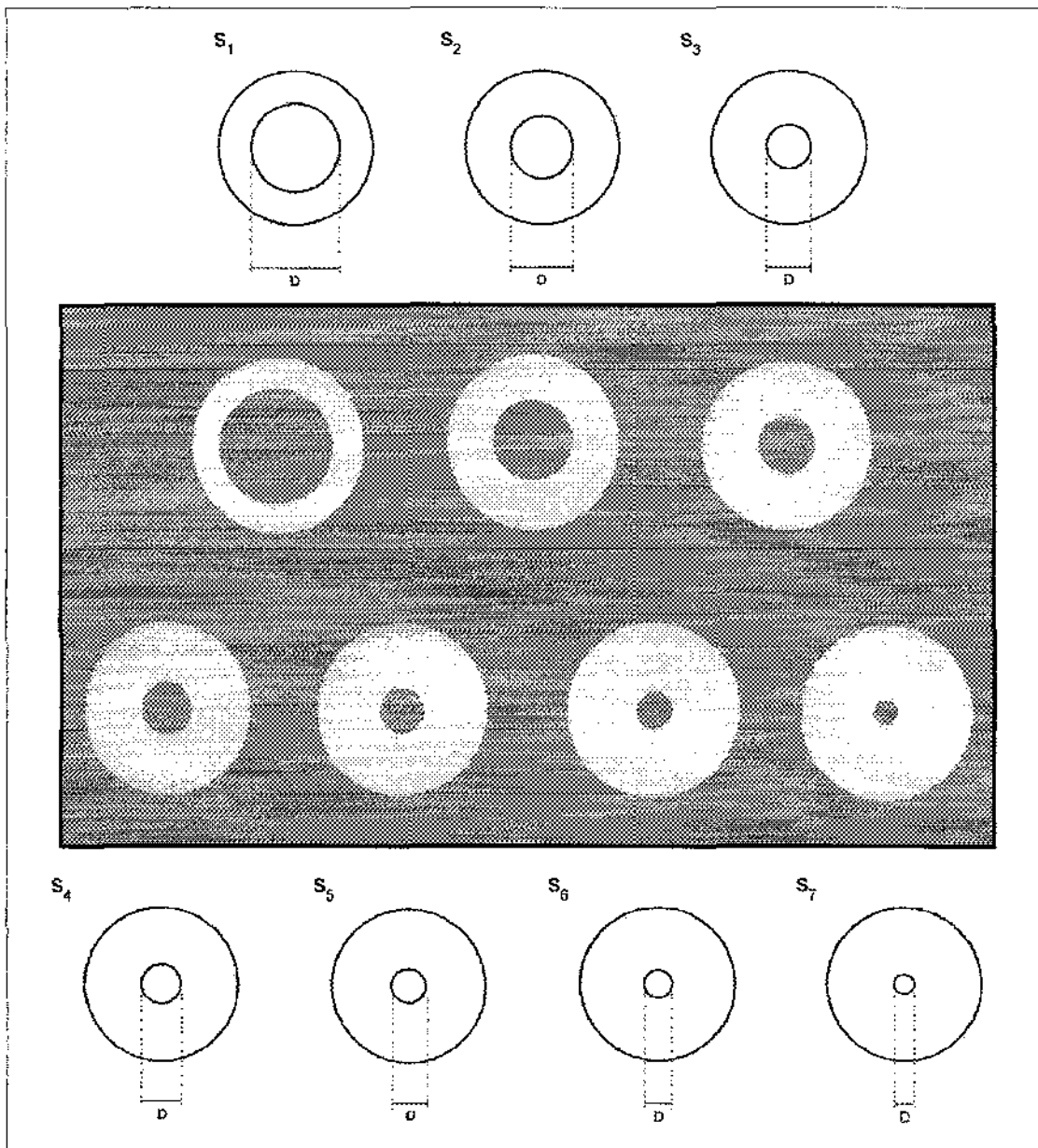


Figure 1 - Cylindrical Teflon[®] moulds for obtaining test samples with different dimensions to solubility test.

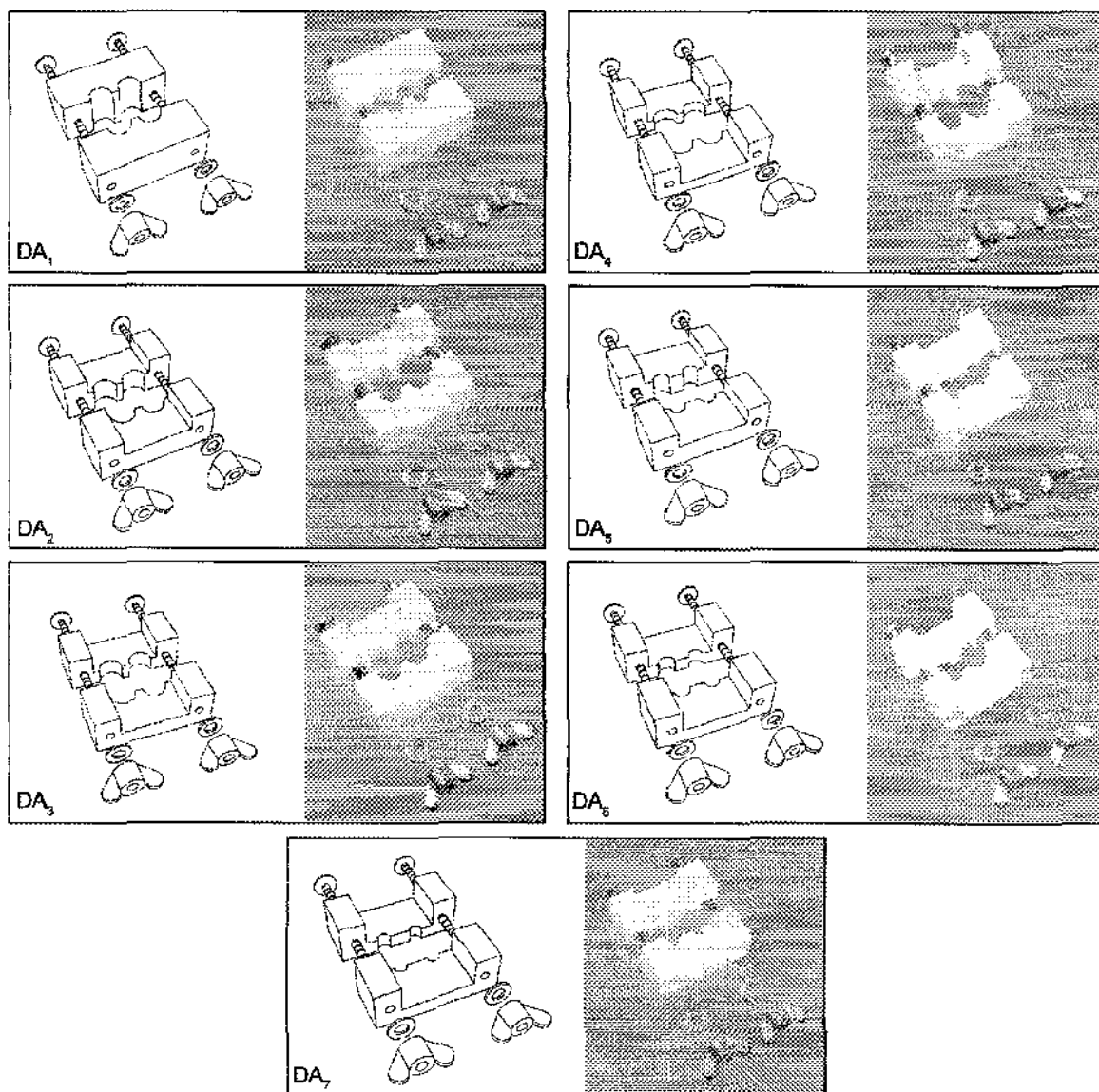


Figure 2 - Teflon® moulds for obtaining test samples with different dimensions to dimensional change following setting test.

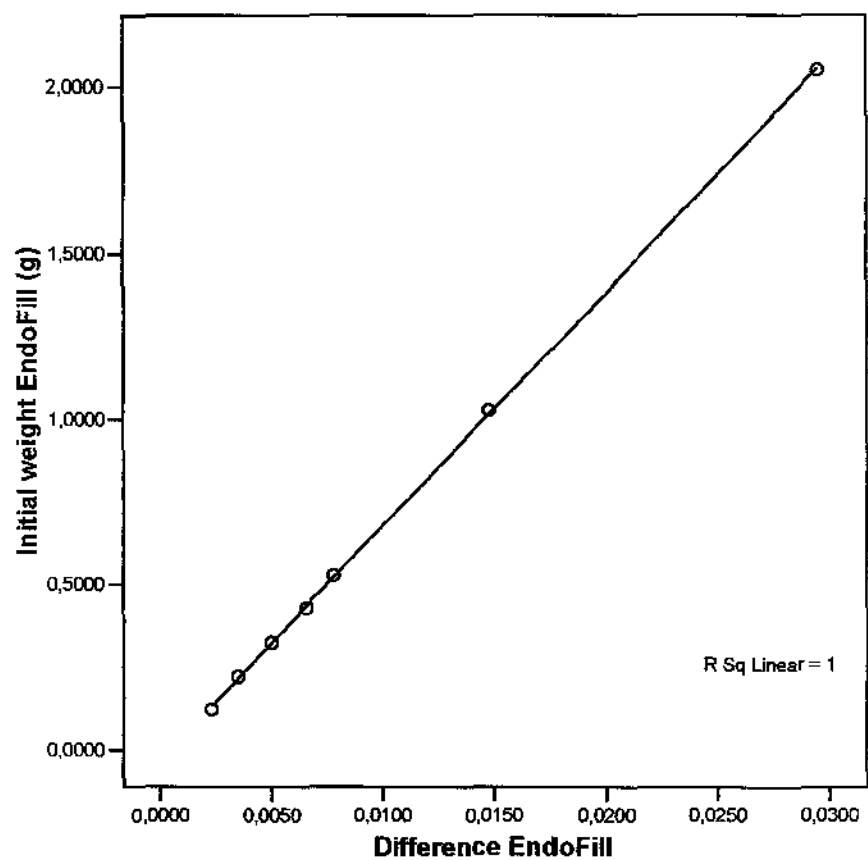


Figure 3 - Graph illustrating the correlation (linear correlation coefficient - Pearson's $r = 1$) between the initial mass and the difference among initial and final masses for the different groups of Endofill[®] sealer, for solubility test.

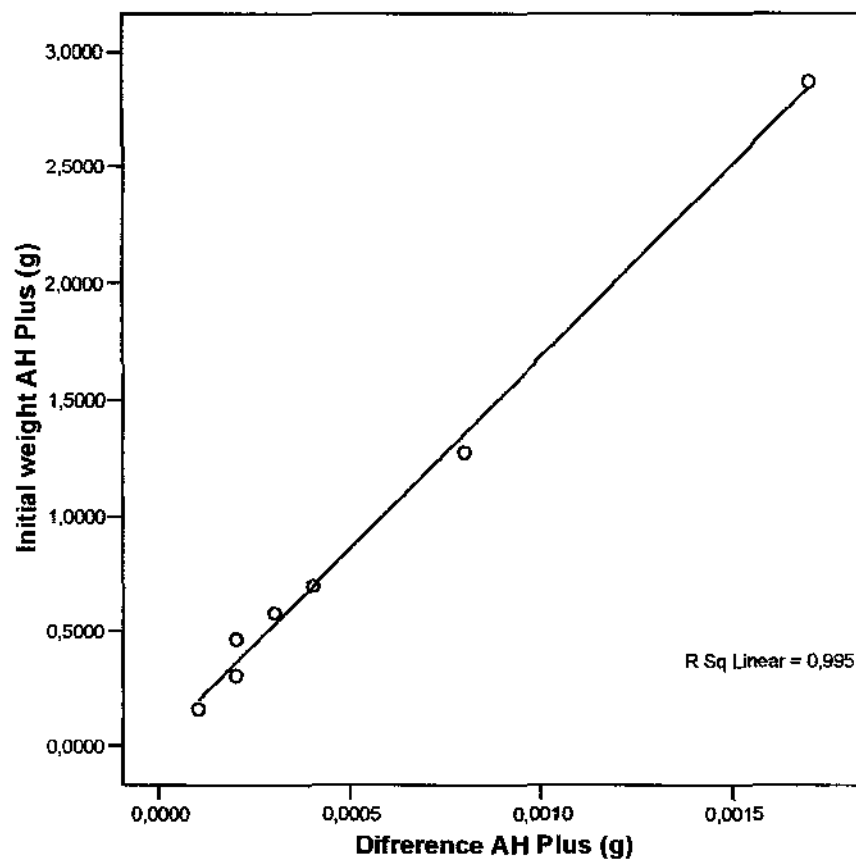


Figure 4 - Graph illustrating the correlation (linear correlation coefficient - Pearson's $r = 0.995$) between the initial mass and the difference among initial and final masses for the different groups of AH Plus™ sealer, for solubility test.

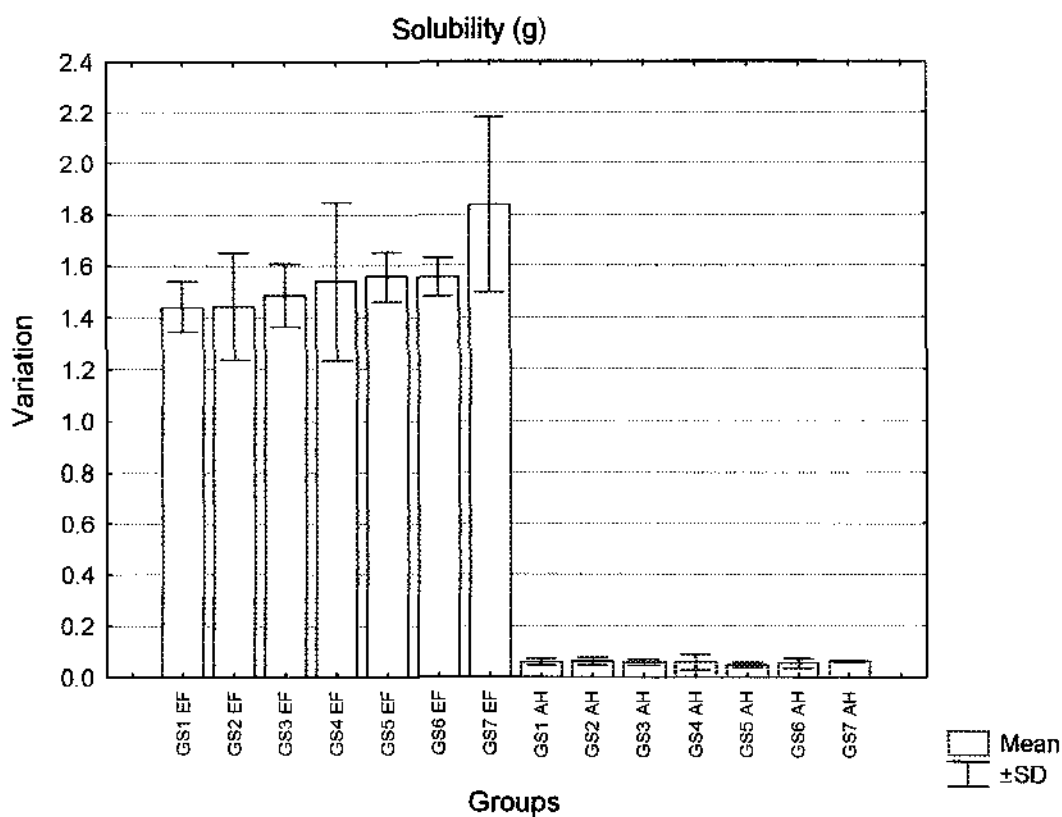


Figure 5 - Graph illustrating the means and standard deviation of solubility results of the different groups of the AH Plus™ (AH) and Endofil® (EF) sealers.

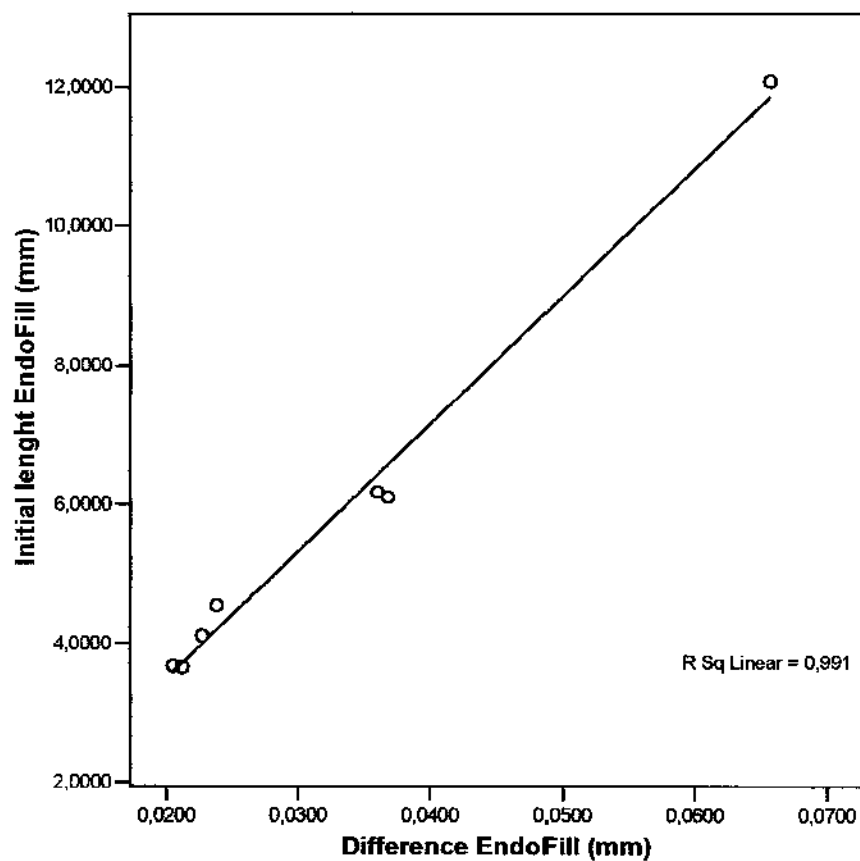


Figure 6 - Graph illustrating the correlation (linear correlation coefficient - Pearson's $r = 0.991$) between the initial high and the difference among initial and final highs for the different groups of EndoFill[®] sealer, for dimensional change following setting test.

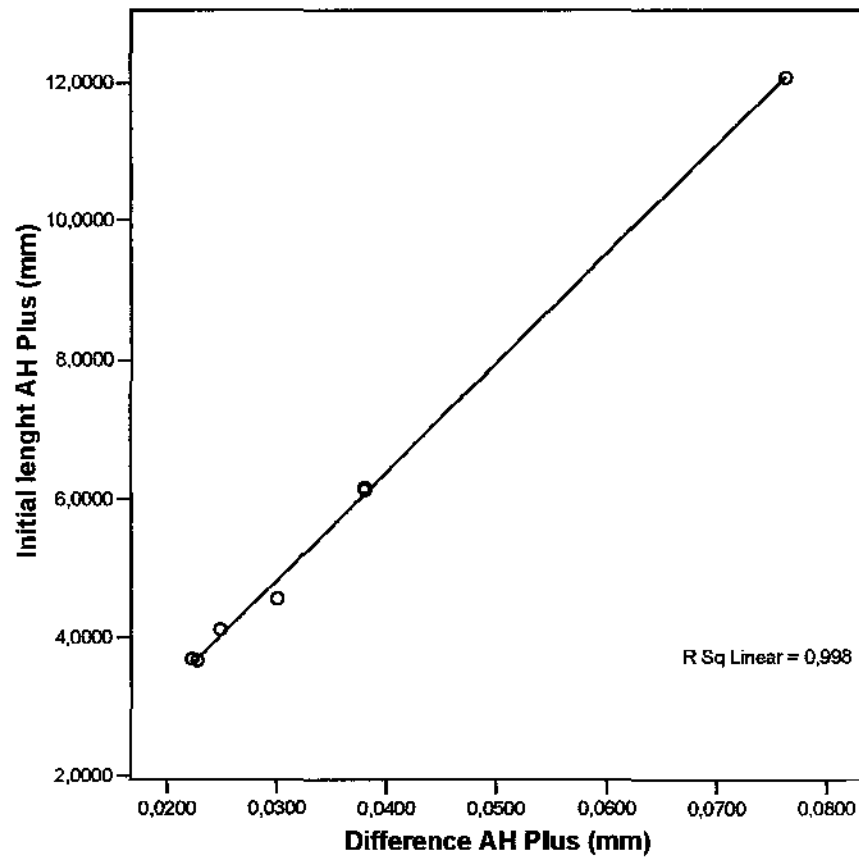


Figure 7 - Graph illustrating the correlation (linear correlation coefficient - Pearson's $r = 0.998$) between the initial high and the difference among initial and final highs for the different groups of AH Plus™ sealer, for dimensional change following setting test

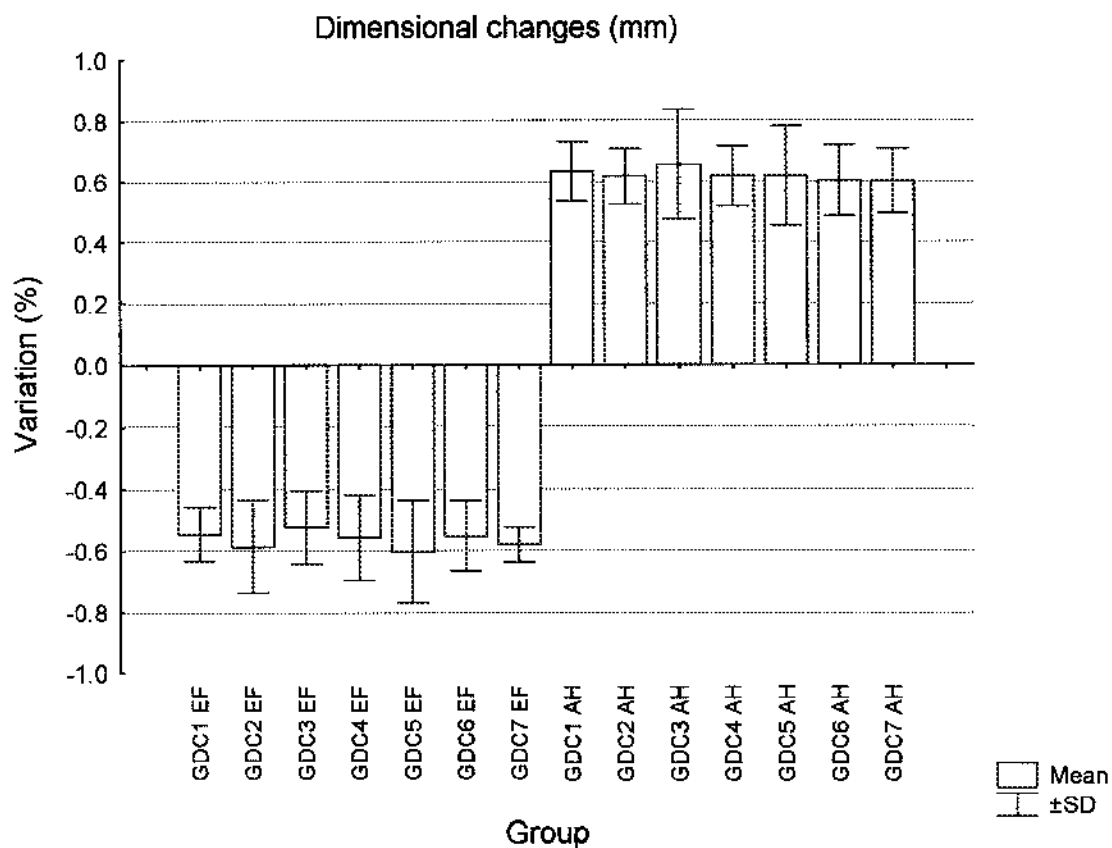


Figure 8 - Graph illustrating of means and standard deviation of dimensional change following setting results of the different groups of the Endofill® (EF) and AH Plus™ (AH) sealers.

CONSIDERAÇÕES GERAIS

A busca pelo efetivo selamento do sistema de canais radiculares fez com que materiais obturadores de diferentes composições fossem desenvolvidos. Cimentos obturadores resinosos foram desenvolvidos e têm seu papel assegurado como material obturador devido ao seu satisfatório desempenho clínico. Cimentos obturadores à base de resina epóxica apresentam maior capacidade de enfrentar situações críticas impostas pelo seu contato direto com os fluidos periapicais, quando comparados aos cimentos à base de óxido de zinco e eugenol, por exemplo. Recentemente, cimentos obturadores à base de resina de metacrilato, de dupla ativação, e primers auto-condicionadores foram desenvolvidos e se propõem a promover efetiva união à dentina radicular. Na tentativa de também promover a união dos cimentos obturadores, à base de resina de metacrilato, com os cones principais e acessórios, cones de poliéster também foram desenvolvidos, para serem utilizados no lugar dos cones de guta percha. Diante desses avanços no desenvolvimento de novos materiais obturadores, verificou-se que poucas são as informações encontradas na literatura a respeito da radiopacidade desses materiais. No que se refere às propriedades de solubilidade e alteração dimensional pós-presa, poucos relatos também são encontrados. Isso pode estar relacionado ao fato dos testes físico-químicos laboratoriais não simularem situações clínicas específicas, assim como necessitarem de maior quantidade de material para a realização da parte experimental. Portanto procurou-se, nesse estudo, avaliar a radiopacidade dos cimentos EndoREZ™ e Epiphany™, à base de resina de metacrilato, e de cones de poliéster, Resilon™, recentemente desenvolvidos, comparando-os com os cimentos AH Plus™ e Endofill®, e cones de guta-percha, por meio da digitalização direta de imagens. Verificou-se também, se a redução do volume de material obturador de canal radicular necessário para a confecção de corpos-de-prova para os testes de solubilidade e alteração dimensional pós-presa, com base na densidade dos corpos-de-prova originais, atenderia as exigências da Especificação nº 57 da *American National Standard/American Dental Association* (ANSI/ADA).

O primeiro estudo mostrou, por meio da digitalização direta de imagens (sistema de imagem digital Digora™), que o cone de poliéster, Resilon™, apresentou o maior valor médio de densidade radiográfica, seguido pelos cimento AH Plus™, cone de gutta-percha, cimento Epiphany™, cimento Endofill® e cimento EndoREZ™, apresentando todos radiopacidade acima dos 3 mm de alumínio, recomendada pela Especificação nº 57 da ANSI/ADA. Analisando as formulações dos materiais estudados, observou-se que todos possuem agentes radiopacificadores, compatíveis com substâncias de peso molecular (P.M.) elevado, o que contribui para a radiopacidade do material.

O segundo estudo mostrou, para o teste de solubilidade, que houve correlação entre os valores de massa inicial e da diferença entre massas inicial e final para os diferentes grupos, tanto para o cimento AH Plus™ quanto para o cimento Endofill®, apesar da diferença estatística ($p < 0,05$) verificada entre o valor médio de solubilidade do grupo S7 e do grupo S1, referente ao corpo-de-prova original (grupo controle). Esse fato pode ser explicado pela dificuldade de remoção dos corpos-de-prova desse tipo de cimento do molde, uma vez que esse cimento apresenta baixa resistência coesiva, sendo, portanto, friável, quando submetido à tensão, resultando em presença de fendas, fragmentação ou quebra do corpo-de-prova. Essa fragmentação também foi verificada nos corpos-de-prova do grupo S6 para o cimento Endofill®, porém em menor proporção. Para o cimento AH Plus™, nenhuma dificuldade foi verificada durante a remoção dos corpos-de-prova do molde, provavelmente, devido maior resistência coesiva dos cimentos à base de resina epóxica. Dessa forma, sugere-se a alteração das dimensões do molde proposto pela Especificação nº 57 da ANSI/ADA para a confecção dos corpos-de-prova para o teste de solubilidade, de 1,5 mm de espessura e 20 mm de diâmetro, para 1,5 mm de espessura e 7,75 mm de diâmetro, referente ao molde do grupo S5. Esse molde possibilitou uma redução de 85%, em volume, de material necessário para a confecção de corpos-de-prova, quando comparado com o molde determinado pela Especificação nº 57 da ANSI/ADA. Como a solubilidade é a capacidade que uma substância tem de se dissolver em outra, expressa pela concentração da solução saturada da primeira na segunda, a análise do líquido utilizado no teste de solubilidade, por meio da espectrofotometria de absorção atômica, determinou a quantidade de íon Zn liberado pelo cimento Endofill® e de íon Ca, pelo

cimento AH Plus™, fornecendo informações que contribuíram para as conclusões do estudo. O cimento Endofill® (1,55%) apresentou valor médio de solubilidade estatisticamente superior ao AH Plus™ (0,06%), porém, ambos encontraram-se dentro dos padrões recomendados pela Especificação nº 57 da ANSI/ADA, que estabelece que a solubilidade de um material obturador de canal não deve exceder à 3% de sua massa.

Para alteração dimensional pós-presa, houve correlação entre o comprimento inicial e a diferença entre comprimentos inicial e final para os diferentes grupos, para ambos os cimentos estudados. Esses resultados podem ser explicados provavelmente pela forma do molde que apresenta-se bi-partido com presença de parafusos para sua união, o que facilita a remoção do corpo-de-prova, impedindo a fragmentação do mesmo, mesmo que o cimento seja friável. Sugere-se a alteração das dimensões do molde proposto pela Especificação nº 57 da ANSI/ADA para a confecção dos corpos-de-prova para o teste de alteração dimensional pós-presa, de 12 mm em altura e 6 mm de diâmetro, para moldes de 3,58 mm em altura e 3 mm de diâmetro, referente do grupo AD7. Esse molde possibilitou uma redução de 92,5%, em volume, de material necessário para a confecção de corpos-de-prova quando comparado com o molde determinado pela Especificação nº 57 da ANSI/ADA. Os resultados apresentaram que o cimento Endofill® apresentou contração e o AH Plus™, expansão.

Assim, por meio dos resultados obtidos neste estudo, pode-se inferir, utilizando da digitalização direta de imagens, que todos os materiais apresentaram radiopacidade acima dos 3 mm de alumínio exigidos pela Especificação nº 57 para materiais obturadores de canais radiculares, da ANSI/ADA. A redução do volume de material obturador de canal radicular necessário para a confecção de corpos-de-prova para os testes de solubilidade e alteração dimensional pós-presa, recomendados pela Especificação nº 57 da ANSI/ADA, com base na densidade dos corpos-de-prova originais, possibilitou a execução dos testes, atendendo as exigências dessa Especificação e, ainda, racionalizando o uso dos materiais necessários para a realização dos métodos experimentais para a avaliação da solubilidade e da alteração dimensional pós-presa.

CONCLUSÕES GERAIS

Dentro das limitações deste estudo, parece lícito concluir que:

- 1- A ordem decrescente de radiopacidade (densidade radiográfica) apresentada pelos materiais obturadores foi: Resilon™, AH Plus™, guta-percha, Epiphany™, Endofill® e EndoREZ™;
- 2- Por meio da digitalização direta de imagens (sistema de imagem digital Digora™), todos os materiais testados apresentaram densidade radiográfica acima de 3 mm de alumínio, estando todos cumprindo as recomendações exigidas pela Especificação nº 57 da ANSI/ADA no que se refere a radiopacidade;
- 3- A redução do volume de material obturador de canal radicular necessário para a confecção de corpos-de-prova para os testes de solubilidade e alteração dimensional pós-presa, recomendados pela Especificação nº 57 da ANSI/ADA, com base na densidade dos corpos-de-prova originais, possibilitou a execução dos testes, atendendo as exigências dessa Especificação.
- 4- O cimento Endofill® apresentou valor médio de solubilidade estatisticamente superior ao AH Plus™, estando ambos cumprindo as recomendações exigidas pela ANSI/ADA no que se refere à solubilidade.
- 5- No que se refere à alteração dimensional, o cimento Endofill® cumpriu as recomendações exigidas pela ANSI/ADA por apresentar contração menor que 1% determinado pela Especificação nº 57. Já o AH Plus™, apresentou expansão superior a 0,1% exigido pela Especificação nº 57 da ANS/ADA.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS*

1. Hata G, Kawazoe S, Toda T, Weine FS. Sealing ability of thermafil with and without sealer. *J. Endod.* 1992; 18(7): 322-6.
2. Cohen S, Burns RC. *Caminhos da polpa*. 6ª ed., Rio de Janeiro, Guanabara Koogan, 1997. 838p.
3. Grossman LI. *Endodontic Practice*. 10th ed. Philadelphia: Lea & Febiger. P. 297, 1982.
4. Carvalho-Junior JR, Guimarães LF, Correr-Sobrinho L, Pécora JD, Sousa-Neto MD. Evaluation of solubility, disintegration, and dimensional alterations of a glass ionomer root canal sealer. *Braz. Dent. J.* 2003; 14(2): 114-8.
5. Kazemi RB, Safavi KE, Spangberg LS. Dimensional changes of endodontic sealers. *Oral Surg. Oral Med. Oral Pathol.* 1993; 76(6): 766-71.
6. Ørstavik D, Nordahl I, Tibballs JE. Dimensional change following setting time of root canal sealer materials. *Dent. Mater.* 2001; 17(6): 512-19.
7. Beyer-Olsen EM, Ørstavik D. Radiopacity of root canal sealers. *Oral Surg. Oral Méd. Oral Pathol.* 1981; 51(3): 320-328.
8. Goldman M, Simmonds S, Rush R. The usefulness of dye penetration studies re-examined. *Oral Surg. Oral Med. Oral Pathol.* 1989; 67(3): 327-32.
9. Tagger M, Katz A. Radiopacity of endodontic sealers: development of a new method for direct measurement. *J. Endod.* 2003; 29(11): 751-55.
10. Katz A, Kaffe I, Littner M, Tagger M, Tamse A. Densitometric measurement of radiopacity of Gutta-percha cones and root dentin. *J. Endod.* 1990; 16(5): 211-3.
11. Nguyen TN. Obturation of the root canal system. In: Cohen S & Burns RC, eds. *Pathways of the Pulp*, 6th edn. St. Louis; Mosby. Pp.219-71, 1994.

* De acordo com a norma da UNICAMP/FOP, baseada no modelo Vancouver.
Abreviatura dos periódicos em conformidade com o Medline.

12. Barthel CR, Shuping GC, Moshonov J, Ørstavik D. Bacterial leakage compared to dye leakage in obturated root canals. *Int. Endod. J.* 1999; 32(5): 370-5.
13. Anusavice KJ. *Materiais Dentários de Phillips*. 10ª ed., Rio de Janeiro, Guanabara Koogan, 1998. 412p.
14. ANSI/ADA *Specification No.57 Endodontic Sealing Material*, Chicago, USA, 2000.
15. Sousa-Neto MD, Guimarães LF, Saquy PC, Pécora JD. Effect of different grades of gum rosins and hydrogenated resins on solubility, disintegration and dimensional alterations of Grossman cement. *J. Endod.* 1999; 25(7): 477-480.
16. Eliasson ST, Haasken B. Radiopacity of impression materials. *Oral Surg. Oral Med. Oral Pathol.* 1979; 47(5): 485-91.
17. Wuehrmann AH, Manson-Hing LR. *Dental Radiology*. 5th.ed. St. Louis: Mosby, p.508, 1981.
18. Nummikoski PV, Martinez TS, Matteson SR, McDavid WD, Dove SB. Digital subtraction radiography in artificial recurrent caries detection. *Dentomaxillofac. Radiol.* 1992; 21(2): 59-64.
19. Wagner IV, Schneider W. Computer-aided quality assurance in oral health care: the image of electronic radiographs. *Dentomaxillofac. Radiol.* 1992; 21(4): 195-7.
20. Wenzel A. Computer-aided image manipulation of intraoral radiographs to enhance diagnosis in dental practice: a review. *Int. Dent. J.* 1993; 43(2): 99-108.
21. McDonnell D, Price C. An evaluation of the Sens-A-Ray digital dental imaging system. *Dentomaxillofac. Radiol.* 1993; 22(3): 121-6.
22. Syriopoulos K, Sanderink GC, Velders XL, van der Stelt PF. Radiographic detection of approximal caries: a comparison of dental films and digital imaging systems. *Dentomaxillofac. Radiol.* 2000; 29(5): 312-8.
23. Silveira GP *Estudo comparativo da radiopacidade das resinas compostas fotopolimerizáveis de alta e baixa fluidez, utilizando imagem digital*. Tese de Doutorado. São Paulo: Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo: 91-96. 2002

24. Dubrez B, Jacot-Descombes A, Pun T, Cimasoni G. Comparison of photodensitometric with high-resolution digital analysis of bone density from serial dental radiographs. *Dentomaxillofac. Radiol.* 1992; 21(1): 40-4.
25. Gurdal P, Akdeniz BG. Comparison of two methods for radiometric evaluation of resin-based restorative materials. *Dentomaxillofac. Radiol.* 1998; 27(4): 236-9.
26. Horner K, Shearer AC, Walker A, Wilson NH. Radiovisiography: an initial evaluation. *Br. Dent. J.* 1990; 168(6): 244-8.
27. Sanderink GC. Imaging: new versus traditional technological aids. *Int. Dent. J.* 1993; 43(4): 335-42.
28. McDavid WD, Welander U, Sanderink GC, Dove SB, Tronje G. A simple method for measuring MTF in direct digital intraoral radiography. Technical note. *Oral Surg. Oral Med. Oral Pathol.* 1994; 78(6): 802-5.
29. Farman AG, Scarfe WC. Pixel perception and voxel vision: constructs for a new paradigm in maxillofacial imaging. *Dentomaxillofac. Radiol.* 1994; 23(1): 5-9.
30. Chen SK, Hollender L. Digitizing of radiographs with a flatbed scanner. *J. Dent.* 1995; 23(4): 205-8.
31. Goshima T, Goshima Y. The optimum level of radiopacity in posterior composite resins. *Dentomaxillofac. Radiol.* 1989; 18(1): 19-21.
32. Jia WT. *Dental filling material*. United States Patent & Trademark Office, United States Patent Application 20050066854, March 31, 2005.
33. Cohen BI, Pagnillo MK, Musikant BL, Deutsch AS. An in vitro study of the cytotoxicity of two root canal sealers. *J. Endod.* 2000; 26(4): 228-9.
34. Tanomaru JMG, Cezare L, Gonçalves M, Tanomaru-Filho M. Evaluation of the radiopacity of root canal sealers by digitization of radiographic images. *J. Appl. Oral Sci.* 2004; 12(4): 355-7.
35. Gurgel-Filho ED, Andrade Feitosa JP, Teixeira FB, Monteiro de Paula RC, Araújo Silva JB, Jr, Souza-Filho FJ. Chemical and X-ray analyses of five brands of dental gutta-percha cone. *Int. Endod. J.* 2003; 36(4): 302-7.
36. Leonard JE, Gutmann JL, Guo IY. Apical and coronal seal of roots obturated with a dentine bonding agent and resin. *Int. Endod. J.* 1996; 29(2): 76-83.

37. Kopper PMP, Figueiredo JAP, Della Bona A, Vanni JR, Bier CA, Bopp S. Comparative *in vivo* analysis of the sealing ability of three endodontic sealers in post-prepared root canals. *Int. Endod. J.* 2003; 36(12): 857-63.
38. Zmener O, Pameijer CH, Macri E. Evaluation of the apical seal in root canals prepared with a new rotary system and obturated with a methacrylate based endodontic sealer: an in vitro study. *J. Endod.* 2005; 31(5): 392-5.
39. Williams JA, Billington RW. A new technique for measuring the radiopacity of natural tooth substance and restorative materials. *J. Oral Rehabil.* 1987; 14(3): 267-9.
40. Schäfer E, Zandbiglari T. Solubility of root-canal sealers in water and artificial saliva. *Int. Endod. J.* 2003; 36(10): 660-9.
41. McMichen FR, Pearson G, Rahbaran S, Gulabivala K. A comparative study of selected physical properties of five root-canal sealers. *Int. Endod. J.* 2003; 36(9): 629-35.
42. Kaplan AE, Goldberg F, Artaza LP, de Silvio A, Macchi RL. Disintegration of endodontic cements in water. *J. Endod.* 1997; 23(7): 439-41.
43. Arruda MP, Carvalho-Junior JR, Gentil M, Sousa-Neto MD, Souza-Filho FJ, Correr-Sobrinho L. Evaluation of Flow, and Dimensional Alterations of Epoxy Resin-Based Root Canal Sealer. *Oral Sci.* 2005; 1(1): 9-13.
44. Versiani MA, Carvalho-Junior JR, Padilha MIAF, Lacey S, Pascon EA, Sousa-Neto MD. A comparative study of physicochemical properties of AH PlusTM and EpiphanyTM root canal sealants. *Int. Endod. J.* 2006; 39(6): 464-71.
45. APHA, AWWA, WPCF (1989) "*Standard Methods for the Examination of Water and Waste Water*", 17th Edition.
46. Norman G, Streiner D. *Biostatistics: The Bare Essentials*. 2nd Edition. Hamilton: BC Decker. 2000, 325 p.
47. Mendonça SC, Carvalho-Junior JR, Guerisoli DMZ, Pécora JD, Sousa-Neto MD. In vitro study of the effect of aged eugenol on the flow, setting time and adhesion of Grossman root canal sealer. *Braz. Dent. J.* 2000; 11(2): 71-8.
48. Grossman L. Physical properties of root canal cements. *J. Endod.* 1976; 2(6):

166-75.

49. Benatti O, Stolf WL, Ruhnke LA. Verification of the consistency, setting time, and dimensional change of root canal filling material. *Oral Surg. Oral Med. Oral Pathol.* 1978; 46(1): 107-13.
50. Branstetter J, von Fraunhofer JA. The physical properties and sealing action of endodontic sealer cements: a review of the literature. *J. Endod.* 1982; 8(7): 312-6.
51. Lacey S, Pitt Ford TR, Watson TF, Sherriff M. A study of the rheological properties of endodontic sealers. *Int. Endod. J.* 2005; 38(8): 499-504.
52. Sousa-Neto MD, Passarinho-Neto, JG, Carvalho-Junior JR, Cruz-Filho AM, Pécora JD, Saquy PC. Evaluation of the effect of EDTA, EGTA and CDTA on dentin adhesiveness and microleakage with different root canal sealers *Braz. Dent. J.* 2002; 13(2): 123-8.
53. Wilson AD, Batchelor RF. Zinc oxide-eugenol cements: II. Study of erosion and disintegration. *J. Dent Res.* 1970; 49(3): 593-8.
54. Phillips RW. *Skinner' science of dental materials*. 9th ed. Philadelphia: W.B. Saunders Co., 1991.

DETALHAMENTO DE MATERIAL E MÉTODOS

Avaliação da radiopacidade de materiais obturadores de canais radiculares por meio da digitalização direta de imagens

Artigo: “*Evaluation of the radiopacity of root canal filling materials using direct digital image processing*”

MATERIAL E MÉTODOS

Os materiais testados, juntamente com o fabricante, estão listados na Tabela 1 e apresentados na Figura 1.

Tabela 1
Densidade radiográfica dos materiais obturadores testados

Material obturador	Fabricante
AH Plus™	DeTrey/Dentsply, Konstanz, Alemanha
Endofill®	Dentsply-Latin America, Petrópolis, Brasil
EndoREZ™	Ultradent Products Inc, South Jordan, UT
Epiphany™	Pentron Clinical Technologies, Wallingford CT
Cone de guta percha	Dentsply-Latin America, Petrópolis, Brasil
Cone de Resilon™	Resilon Research LLC, Madison, CT

Cinco placas de acrílico (2,2 cm x 4,5 cm x 1 mm), contendo 6 orifícios, medindo 1 mm de profundidade e 5 mm de diâmetro interno, foram confeccionadas (Fig. 2A) e colocadas sobre uma placa de vidro recoberta por uma lâmina de papel celofane. Os cimentos obturadores foram introduzidos em 4 dos orifícios, de acordo com as recomendações dos fabricantes, sendo cada orifício preenchido pelo cimento logo após sua mistura. A relação pó/líquido para o cimento à base de óxido de zinco e eugenol, Endofill®, foi estabelecida de acordo com o método descrito, a seguir, por Sousa-Neto (1999). Inicialmente, pesou-se 3g de pó do cimento. Colocou-se, com a ajuda de uma pipeta graduada, 0,20 ml de eugenol sobre uma placa de vidro lisa e limpa, de 20 mm de espessura. O pó foi incorporado ao líquido aos poucos, com a ajuda de uma espátula metálica número 24 flexível, e submetido a uma espatulação vigorosa. Uma vez obtida a consistência clínica ideal, pesou-se a quantidade de pó remanescente, que não havia sido

utilizada durante a manipulação, e determinou-se, por simples subtração, o quanto de pó havia sido efetivamente utilizado. Esse procedimento foi repetido cinco vezes, e a média aritmética desses valores obtida. A aplicação dos cimentos foi realizada com auxílio de uma seringa para evitar o surgimento de bolhas. Os cimentos EndoREZ™ e Epiphany™ foram inseridos nos orifícios com seus respectivos aplicadores. Em seguida, outra placa de vidro, recoberta por uma lâmina de papel celofane, foi pressionada sobre o cimento e o excesso escoado, removido após a presa do material. Cada um dos orifícios foi preenchido com um dos cimentos, seguindo uma seqüência de preenchimento de acordo com o tempo de presa do material (do tempo de presa mais prolongado para o menor), para que as amostras estivessem prontas para a avaliação radiográfica após a presa final dos materiais. Cada placa, com os cimentos, foi armazenada em estufa a 37° C e 95% de umidade relativa do ar durante o período de presa dos materiais. Os cones de guta percha e de Resilon™ foram aquecidos e adaptados nos dois orifícios remanescentes após a presa dos cimentos.



Figura 1 - Materiais obturadores de canais radiculares utilizados. A- AH Plus™ (DeTrey/Dentsply); B- Endofill® (Dentsply-Latin America); C- EndoREZ™ (Ultradent); D- kit Epiphany™ de cimento obturador e cones de Resilon™ (Pentron); E- cones principais de guta percha (Dentsply-Latin America).

Os materiais obturadores dos canais radiculares foram dispostos nas placas de acrílico sempre na mesma posição para padronizar e facilitar a localização dos materiais durante a análise da radiopacidade (Figura 2B).

Radiografia Digital

Cada uma das placas de acrílico contendo os materiais obturadores dos canais radiculares foi posicionada juntamente a outra placa de acrílico (1,3 cm x 4,5 cm x 1 mm), contendo uma penetrômetro de alumínio, confeccionado em liga 1100, com degraus uniformes e com espessura variada e crescente, de 1 a 10 mm (ANSI/ADA, 2000) (Figuras 2A e B), no momento da tomada radiográfica. Esse conjunto de placas de acrílico, que correspondem ao tamanho de um sensor para radiografia digital (placa de fósforo), do sistema Digora™ (Soredex Orion Corporation, Finlândia), foi posicionado a frente desse sensor para radiografia digital (Fig. 3). Tomou-se o cuidado de posicionar as amostras adjacentes à escada de alumínio e no centro do sensor.

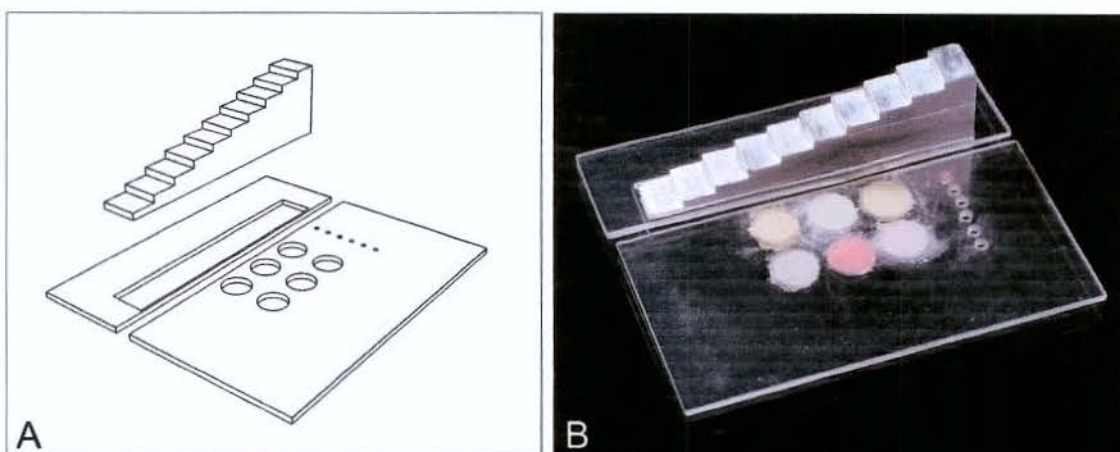


Figura 2 - A) Esquema gráfico do conjunto com orifícios para os materiais obturadores e a escada de alumínio; B) Placas de acrílico contendo a escada de alumínio e outra preenchida com os materiais obturadores.

As imagens radiográficas das amostras de material obturador e da escada de alumínio, foram obtidas por meio do aparelho de raios-X Spectro 70X (Dabi Atlante, Ribeirão Preto, Brasil), de 70 kVp e 8 mA. A distância foco-objeto utilizada foi de 30 cm (ANSI/ADA, 2000) (Fig. 3) e o tempo de exposição foi de 0,2 segundos. Um estabilizador de voltagem foi utilizado para a padronização da voltagem do aparelho de raios-X.

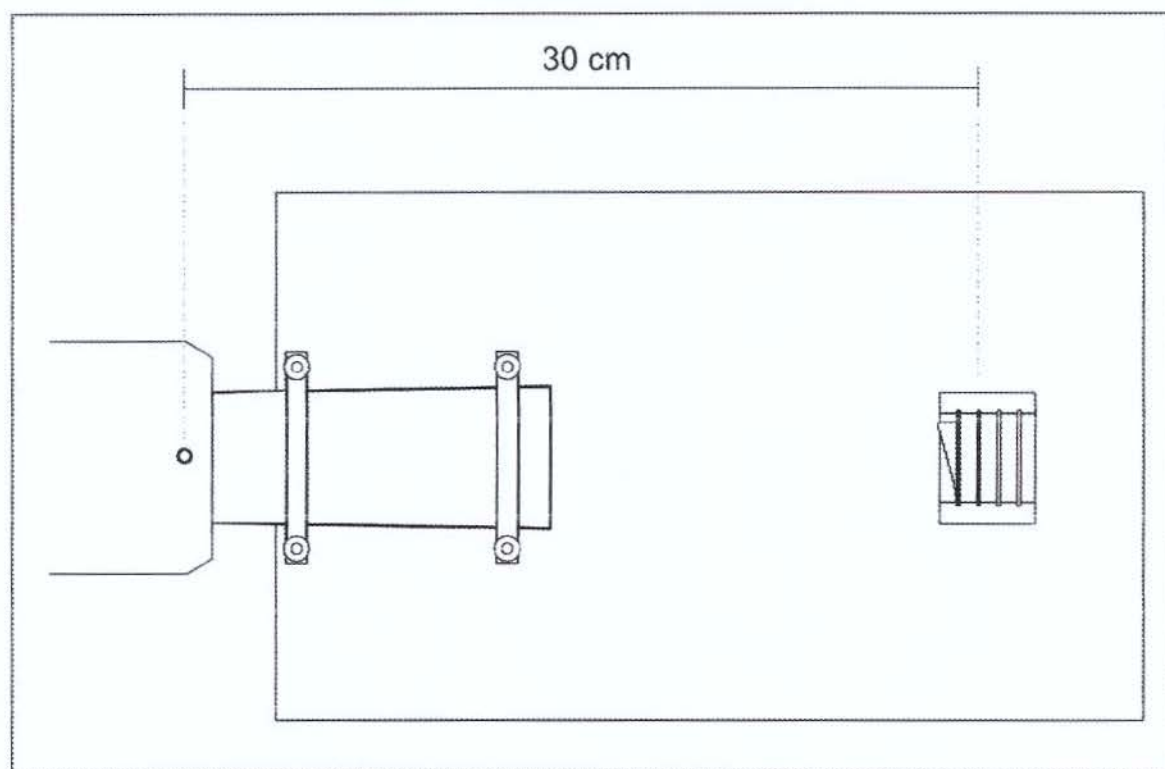


Figura 3 - Esquema gráfico demonstrando a distância foco-objeto utilizada (30 cm).

Para o perfeito posicionamento do sensor e para assegurar que a incidência e a distância foco-objeto fossem padronizadas, um dispositivo posicionador de acrílico, com fixadores metálicos, foi confeccionado seguindo um modelo proposto por Silveira (2002). Este dispositivo manteve o cabeçote do aparelho de raios-X fixado na mesma posição, direcionando o feixe central para incidir em ângulo de 90° com a superfície do conjunto placas de acrílico/sensor (Figuras 4 e 5). Um colimador retangular (Dabi Atlante, Ribeirão Preto, Brasil), com 3 cm x 4 cm de abertura, foi acoplado na extremidade do cilindro para diminuir a possível radiação secundária gerada devido à distância focal. Antes das tomadas

radiográficas, foi realizada a calibração prévia do aparelho de raios-x com o sensor, para que a dose de radiação fosse padronizada de acordo com o software *Digora for Windows 5.1* que realizou as leituras.

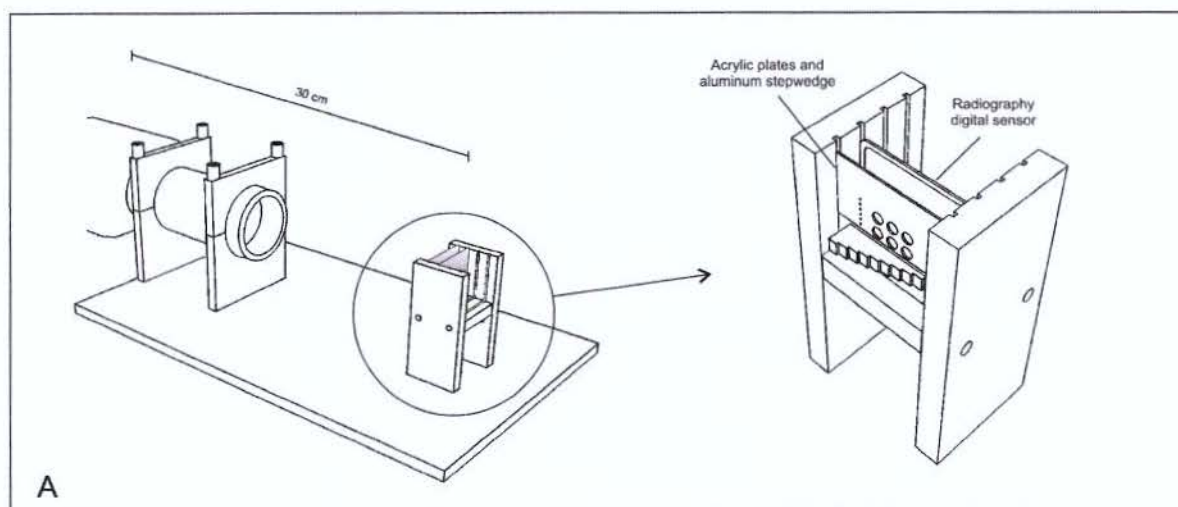


Figura 4 - A) Vista lateral esquemática do dispositivo utilizado para fixar o cabeçote do aparelho de raio X e o conjunto placas de acrílico/sensor radiográfico digital. Esquema gráfico da mesa posicionadora das placas de acrílico com o penetrômetro de alumínio, os orifícios para colocação dos materiais obturadores e do sensor para radiografia digital.

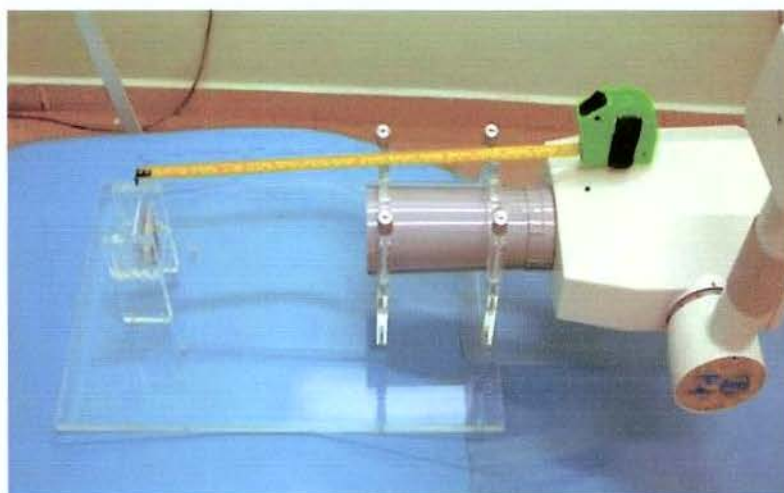


Figura 5 - Vista lateral do dispositivo de acrílico utilizado para fixar o cabeçote do aparelho de raio X e o conjunto placas de acrílico/sensor radiográfico digital.

Avaliação da Radiopacidade

O sensor, sensibilizado após a tomada radiográfica, foi introduzido na leitora óptica a *laser* do sistema Digora, que transformou o sinal analógico em sinal digital. Uma imagem radiográfica digital pode ser observada na Figuras 6A e B. O software *Digora for windows 5.1* permite quantificar a densidade da imagem radiológica (análise densitométrica), ou seja, a radiopacidade de um determinado material, por meio de seus níveis de cinza (*pixels*), assim, apresentando tons intermediários de cinza, diretamente na tela do computador. Essa leitura foi sempre realizada com a imagem padrão, sem manipulação de densidade e/ou contraste. As densidades radiográficas das áreas padronizadas foram determinadas, utilizando a escala de cinza, fornecendo a média da densidade radiográfica de cada material e dos degraus da escada de alumínio.

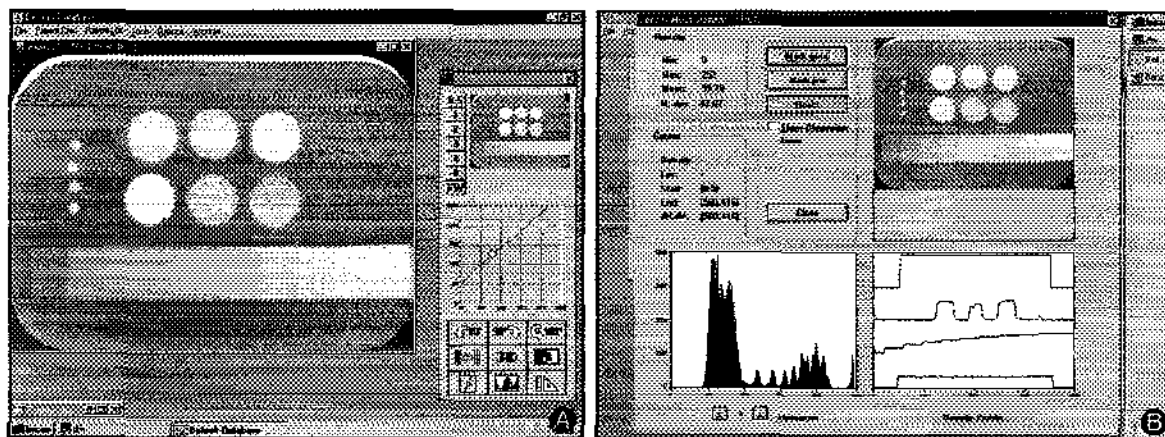


Figura 6 - A) Imagem padrão da tela do computador após a leitura do sensor radiográfico digital pela leitora óptica do sistema. B) Tela do computador durante a mensuração da radiopacidade dos materiais obturadores pelo software *Digora for windows 5.1*.

Esse procedimento foi repetido por três vezes e os dados foram apresentados na forma de análise estatística descritiva.

Solubilidade e alteração dimensional pós-presa de cimentos obturadores de canais radiculares: proposta de menores dimensões para os corpos-de-prova

Artigo: *“Solubility and dimensional change following setting of root canal sealers: proposition of smaller dimensions for test samples”*

MATERIAL E MÉTODOS

1 - Determinação da densidade do corpo-de-prova para o teste de solubilidade

A determinação prévia da densidade do corpo-de-prova foi necessária para a proposta de confecção de corpos-de-prova de menores dimensões, para o teste de solubilidade. Valores de massa e volume do corpo-de-prova foram necessários para a determinação da densidade, pois a densidade de um corpo é a relação de sua massa com seu volume. O corpo-de-prova foi pesado para a determinação da massa. O volume foi determinado por meio de um cálculo matemático simples utilizando as medidas do corpo-de-prova original (1,5 mm de espessura e 20 mm de diâmetro interno), determinado pela Especificação nº 57 da ANSI/ADA (ANSI/ADA, 2000):

$$V = [(\pi.D^2)/4].L$$

V = volume; $\pi = 3,1415$; D = diâmetro; L = altura.

$$V = [(3,1415.20^2)/4].1,5$$

$$V = 471,23 \text{ mm}^3$$

Para a determinação da massa do corpo-de-prova, um cimento à base de óxido de zinco e eugenol (Endofill, Dentsply-Latin America, Petrópolis, Brasil) foi utilizado. Um molde circular de Teflon®, medindo 1,5 mm de espessura e 20 mm de diâmetro interno foi preenchido com o material, misturado de acordo com as recomendações do fabricante. A relação pó/líquido para o cimento à base de óxido de zinco e eugenol, Endofill®, foi estabelecida de acordo com o método descrito, a seguir, por Sousa-Neto (1999). Inicialmente, pesou-se 3g de pó do cimento. Colocou-se, com a ajuda de uma pipeta graduada, 0,20 ml de eugenol sobre uma placa de vidro lisa e limpa, de 20 mm de

espessura. O pó foi incorporado ao líquido aos poucos, com a ajuda de uma espátula metálica número 24 flexível, e submetido a uma espatulação vigorosa. Uma vez obtida a consistência clínica ideal, pesou-se a quantidade de pó remanescente, que não havia sido utilizada durante a manipulação, e determinou-se, por simples subtração, o quanto de pó havia sido efetivamente utilizado. Esse procedimento foi repetido cinco vezes, e a média aritmética desses valores obtida. O molde foi colocado sobre uma placa de vidro de dimensões maiores que as do molde e recoberta por uma lâmina de papel celofane. O molde foi preenchido com um pequeno excesso, um fio de nylon impermeável foi colocado no interior do material e outra placa de vidro, também recoberta por uma lâmina de papel celofane, foi posicionado sobre o molde e pressionada manualmente até que as placas tocassem uniformemente o molde. O conjunto foi armazenado em uma câmara, a 95% de umidade relativa e 37°C. O conjunto permaneceu em repouso por um período de três vezes o tempo de presa do material (Sousa-Neto *et al.*, 1999), e as amostras foram removidas do molde. Os resíduos e as partículas soltas foram removidas, as amostras foram pesadas, três vezes cada uma, em uma balança HM-200 (Bradford, MA, EUA) (com precisão de 0,0001g). Essa etapa foi repetida por cinco vezes e a média da massa obtida para o corpo-de-prova foi de 1g (Tabela 1).

Uma vez determinado o volume (471,23 mm³) e a massa (1g), outro cálculo matemático simples foi realizado para determinar a densidade do corpo-de-prova.

$$d = m/V$$

d = densidade; m = massa; V = volume.

$$d = 1,0/471,23$$

$$d = 0,002122 \text{ g/mm}^3$$

1.1 - Novas dimensões de moldes para o teste de solubilidade

Os corpos-de-prova padrão (1,5 mm de espessura e 20 mm diâmetro interno) obtidos por meio do molde estabelecido pela Especificação n° 57 da ANSI/ADA (ANSI/ADA 2000) foram classificados como Grupo S1. Moldes circulares de Teflon® foram utilizados.

Assim, diante dos resultados de massa (1g) e densidade (0,002122 g/mm³) do corpo-de-prova padrão, 6 novas medidas de corpos-de-prova foram propostas, tendo como princípio a massa sugerida:

No Grupo S2, a massa de 0,50 g foi sugerida para o corpo-de-prova, e novos valores de volume e de diâmetro interno foram determinados para o molde:

$$\begin{aligned}d &= m/V \\ 0,002122 &= 0,50/V \\ V &= 235,63 \text{ mm}^3\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}V &= [(\pi.D^2)/4].L \\ 235,63 &= [(3,1415.D^2)/4].1,5 \\ 157,09 &= (3,1415.D^2)/4 \\ 628,36 &= 3,1415.D^2 \\ D^2 &= 200,02 \\ D &= 14,14 \text{ mm}\end{aligned}$$

Assim, moldes circulares de Teflon[®], medindo 1,5 mm de espessura e 14,14 mm de diâmetro interno, foram sugeridos para o Grupo S2.

O mesmo foi realizado para os demais grupos (Figura 1):

- Grupo S3) corpo-de-prova com 0,25 g de massa (molde circular de Teflon[®], medindo 1,5 mm de espessura e 10 mm de diâmetro interno);
- Grupo S4) corpo-de-prova com 0,20 g de massa (molde circular de Teflon[®], medindo 1,5 mm de espessura e 8,94 mm de diâmetro interno);
- Grupo S5) corpo-de-prova com 0,15 g de massa (molde circular de Teflon[®], medindo 1,5 mm de espessura e 7,75 mm de diâmetro interno);
- Grupo S6) corpo-de-prova com 0,10 g de massa (molde circular de Teflon[®], medindo 1,5 mm de espessura e 6,32 mm de diâmetro interno);
- Grupo S7) corpo-de-prova com 0,05 g de massa (molde circular de Teflon[®], medindo 1,5 mm de espessura e 4,47 mm de diâmetro interno)

As medidas dos corpos-de-prova para o teste de solubilidade estão apresentadas na Tabela 1.

Tabela 1
Medidas dos corpos-de-prova obtidos com o cimento à base de óxido de zinco e eugenol (cimento de Grossman), para o teste de solubilidade e o volume de água destilada utilizada em cada grupo

Corpo-de-prova	Medidas					Água destilada (ml)
	Espessura (mm)	Diâmetro (mm)	Volume (mm ³)	Massa (g) (cimento de Grossman)	Densidade (g/mm ³) (cimento de Grossman)	
GS1	1,5	20,0	471,23	1,0	0,002122	50,0
GS2	1,5	14,14	235,63	0,5	0,002122	25,0
GS3	1,5	10,0	117,81	0,25	0,002122	12,5
GS4	1,5	8,94	94,25	0,20	0,002122	10,0
GS5	1,5	7,75	70,69	0,15	0,002122	7,5
GS6	1,5	6,32	47,13	0,10	0,002122	5,0
GS7	1,5	4,47	23,56	0,05	0,002122	2,5

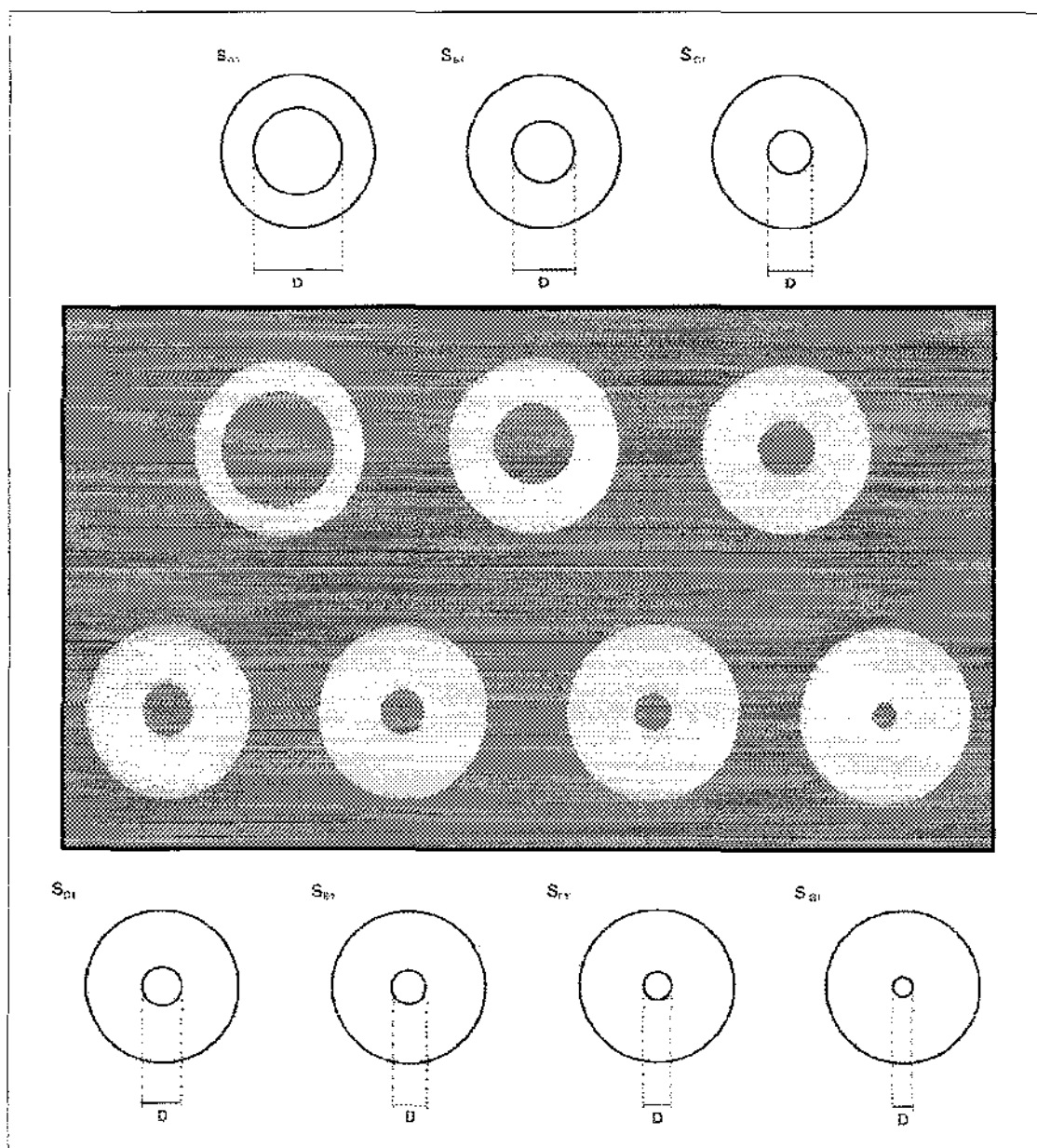


Figura 1 - Moldes circulares de Teflon® para obtenção de corpos-de-prova com diferentes dimensões para o teste de solubilidade.

2 - Determinação da densidade do corpo-de-prova para o teste de alteração dimensional pós-presa

Para a confecção de corpos-de-prova com menores dimensões, para o teste de alteração dimensional pós-presa, seguiu-se a determinação prévia da densidade do corpo-de-prova padrão, estabelecido pela Especificação n° 57 (ANSI/ADA, 2000), de forma

semelhante a do teste de solubilidade. O corpo-de-prova foi pesado para a determinação da massa. Já, para a determinação do volume do corpo-de-prova, um cálculo matemático simples utilizando as medidas originais do corpo-de-prova (12 mm de altura e 6 mm de diâmetro) foi realizado:

$$V = [(\pi.D^2)/4].L$$

$$V = [(3,1415.6^2)/4].12$$

$$V = 339,28 \text{ mm}^3$$

O cimento à base de óxido de zinco e eugenol, Endofill[®], também foi utilizado para a determinação da massa do corpo-de-prova. Um molde de Teflon[®], com dois orifícios, foi confeccionado para preparar corpos-de-prova cilíndricos, com dimensões de 12 mm de altura e 6 mm de diâmetro. O molde foi colocado sobre uma placa de vidro (1 mm de espessura x 25 mm de largura x 75 mm de comprimento) recoberta por uma lâmina de papel celofane. O molde foi preenchido com o cimento manipulado, misturado de acordo com as recomendações do fabricante, de tal modo que se pudesse verificar um pequeno excesso do material na extremidade superior. Em seguida, outra lâmina de microscópio, também recoberta por papel celofane, foi posicionada sobre o molde e pressionada manualmente até que o tocasse uniformemente. Todo o conjunto foi mantido firmemente unido com auxílio de um grampo em forma de letra C. Decorridos 5 minutos do início da manipulação do cimento, o conjunto foi levado para uma estufa a 37°C e 95% de umidade relativa, mantido em repouso por um período de três vezes o tempo de presa do material (Sousa-Neto *et al.*, 1999). Após esse período, o conjunto foi removido.

Em seguida, as extremidades do molde contendo os corpos-de-prova foram lixadas numa politriz com o auxílio de uma lixa d'água de granulação 600, para regularização da superfície. Logo após, as amostras foram removidas do molde. Os resíduos e as partículas perdidas foram removidos e as amostras foram pesadas três vezes em uma balança HM-200 (Bradford, MA, EUA) (precisão de 0,0001g). Essa etapa foi repetida por cinco vezes e a média da massa obtida para o corpo-de-prova foi de 0,67g (Tabela 2).

Determinado o volume (339,28 mm³) e a massa (0,67 g), outro cálculo matemático foi realizado para determinar a densidade do corpo-de-prova.

$$d = m/V$$

$$d = 0,67/339,28$$

$$d = 0,001975 \text{ g/mm}^3$$

2.1 - Novas dimensões de moldes para o teste de alteração dimensional pós-presa

Os corpos-de-prova padrão (12 mm de altura e 6 mm de diâmetro) obtidos por meio do molde recomendado pela Especificação nº 57 da ANSI/ADA (ANSI/ADA 2000) foram classificados como Grupo AD1. Moldes de Teflon®, com dois orifícios cada, foram utilizados.

Diante dos resultados de massa (0,67 g) e densidade (0,001975 g/mm³) do corpo-de-prova padrão, 6 novas medidas foram propostas, tendo como princípio a massa sugerida:

No Grupo AD2, a massa de 0,34 g foi sugerida para o corpo-de-prova, e novos valores de volume e novas dimensões foram determinados para o molde:

$$d = m/V$$

$$0,001975 = 0,34/V$$

$$V \cdot 0,001975 = 0,34$$

$$V = 172,15 \text{ mm}^3$$

$$V = [(\pi \cdot D^2)/4] \cdot L$$

$$172,15 = [(3,1415 \cdot 6^2)/4] \cdot L$$

$$L = 172,15/28,2735$$

$$L = 6,09 \text{ mm}$$

Moldes de Teflon®, com dois orifícios, confeccionado para a produção de corpos-de-prova medindo 6,09 mm de altura e 6 mm de diâmetro, foram sugeridos para o Grupo AD2.

O mesmo foi realizado para os demais grupos (Figura 2):

- Grupo AD3) corpo-de-prova com 0,25 g de massa (molde de Teflon®, com dois orifícios, confeccionado para a produção de corpos-de-prova cilíndricos medindo 4,48mm de altura e 6mm de diâmetro);

- Grupo AD4) corpo-de-prova com 0,20 g de massa (molde de Teflon[®], com dois orifícios, confeccionado para a produção de corpos-de-prova cilíndricos medindo 3,58mm de altura e 6mm de diâmetro);

- Grupo AD5) corpo-de-prova com 0,15 g de massa (molde de Teflon[®], com dois orifícios, confeccionado para a produção de corpos-de-prova cilíndricos medindo 6,04mm de altura e 4mm de diâmetro);

- Grupo AD6) corpo-de-prova com 0,10 g de massa (molde de Teflon[®], com dois orifícios, confeccionado para a produção de corpos-de-prova cilíndricos medindo 4,03mm de altura e 4mm de diâmetro);

- Grupo AD7) corpo-de-prova com 0,05 g de massa (molde de Teflon[®], com dois orifícios, confeccionado para a produção de corpos-de-prova cilíndricos medindo 3,58mm de altura e 3mm de diâmetro).

As medidas dos corpos-de-prova para o teste de alteração dimensional pós-presa estão apresentadas na Tabela 2.

Tabela 2
Medidas dos corpos-de-prova obtidos com o cimento à base de óxido de zinco e eugenol (cimento de Grossman), para o teste de alteração dimensional pós-presa e o volume de água destilada utilizada em cada grupo

Corpo-de-prova	Comprimento (mm)	Diâmetro (mm)	Medidas			
			Volume (mm ³)	Massa (g) (cimento de Grossman)	Density (g/mm ³) (cimento de Grossman)	Água destilada (ml)
GAD1	12,0	6,0	339,28	0,67	0,001975	30,0
GAD2	6,09	6,0	172,15	0,34	0,001975	15,22
GAD3	4,48	6,0	126,58	0,25	0,001975	11,19
GAD4	3,58	6,0	101,27	0,20	0,001975	8,96
GAD5	6,04	4,0	75,95	0,15	0,001975	6,72
GAD6	4,03	4,0	50,63	0,10	0,001975	4,48
GAD7	3,58	3,0	25,32	0,05	0,001975	2,24

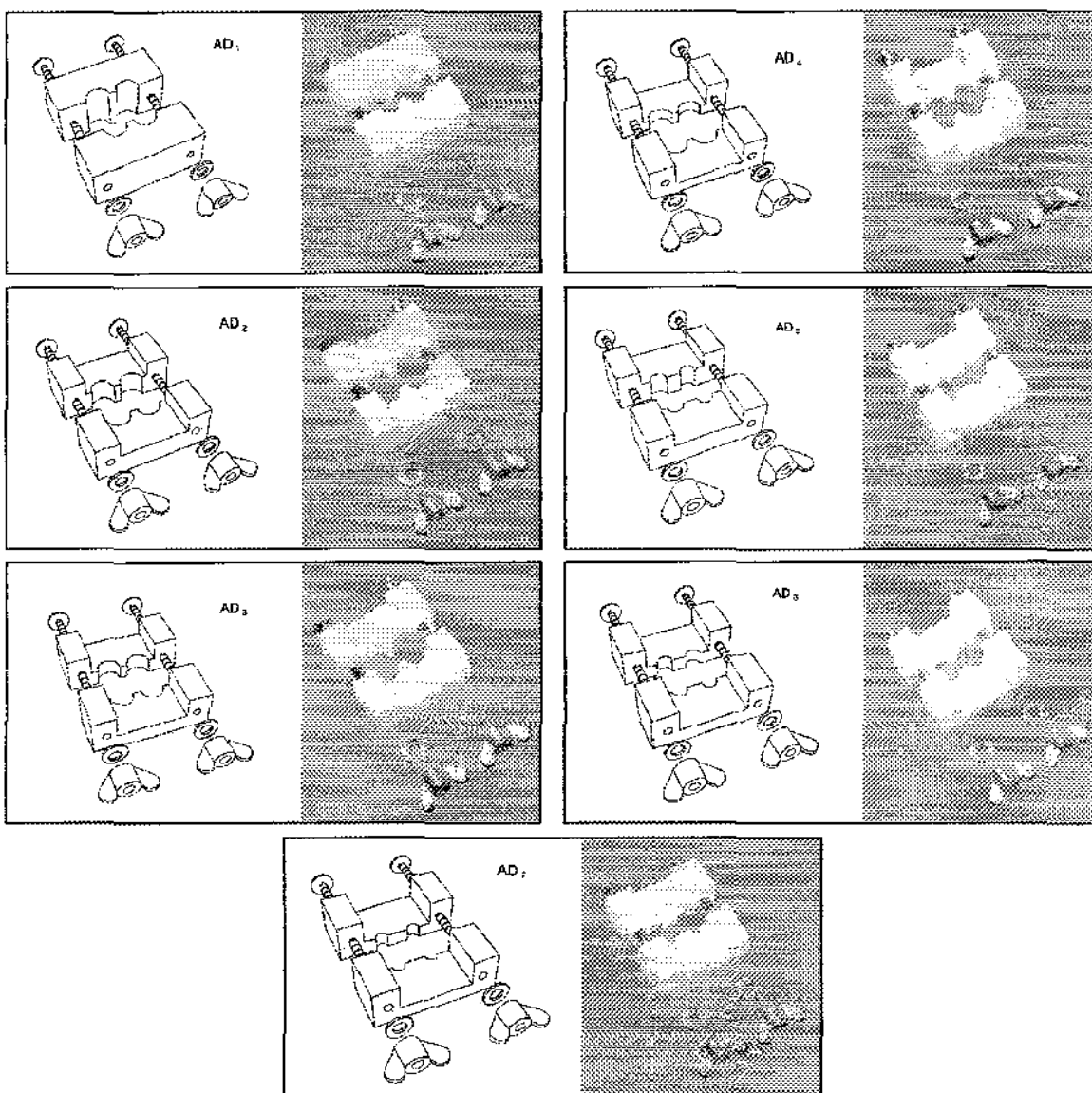


Figura 2 - Moldes de Teflon® para obtenção de corpos-de-prova com diferentes dimensões para o teste de alteração dimensional pós-presa.

3 - Materiais obturadores de canais radiculares testados

A solubilidade e a alteração dimensional pós-presa dos cimentos obturadores de canais radiculares AH Plus™ (DeTrey/Dentsply, Konstanz, Alemanha) e Endofill® (Dentisply-Latin America, Petrópolis, Brasil) (Figura 3) foram mensuradas de acordo com a normatização estabelecida pela ANSI/ADA para materiais dentários obturadores de

canais radiculares (ANSI/ADA 2000). Os moldes com menores dimensões de ambos os testes também foram utilizados para os dois cimentos.



Figura 3 - Cimentos obturadores de canais radiculares. A) AH Plus™ (Detrey/Dentsply); B) Endofill® (Dentisply-Latin America).

4 - Teste de Solubilidade

Os moldes cilíndricos de Teflon® com medidas específicas, de acordo com cada grupo, foram preenchidos com os cimentos obturadores, armazenados e os corpos-de-prova removidos e pesados como descrito anteriormente.

Dois corpos-de-prova foram suspensos por fio de nylon e colocados no interior de um recipiente de plástico com boca larga, contendo uma quantidade de água destilada e deionizada específica para cada grupo (GS1=50 ml; GS2=25 ml; GS3=12,5 ml; GS4=10 ml; GS5=7,5 ml; GS6=5 ml; GS7=2,5 ml) (Tabela 1 e Figura 4). Esses valores, em ml, foram obtidos por meio de regra de três simples. Tomou-se o cuidado de não permitir nenhum contato entre os corpos-de-prova e a superfície interna do recipiente. Cada amostra foi colocada em um recipiente que foi fechado e armazenado em uma estufa a 37° C e 95% de umidade relativa, por 24 horas. Em seguida, as amostras foram então removidas do recipiente, enxaguadas com água destilada e deionizada e o excesso de água foi removido com auxílio de papel absorvente. A água destilada utilizada foi submetida à espectrofotometria de absorção atômica, para análise da presença dos íons Zn e Ca. As amostras foram colocadas em um desumidificador por 24 horas e pesadas novamente. O experimento foi repetido por cinco vezes para cada cimento. A perda de massa de cada amostra, expressas como porcentagem da massa original, foi considerada como a solubilidade do cimento.

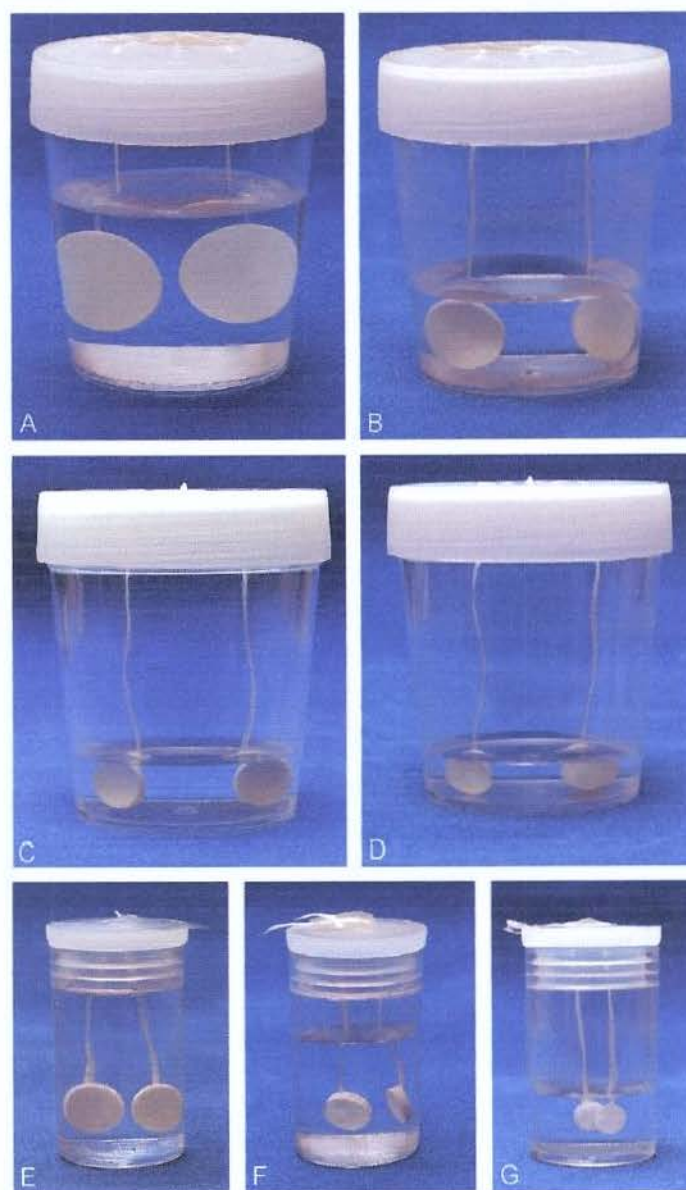
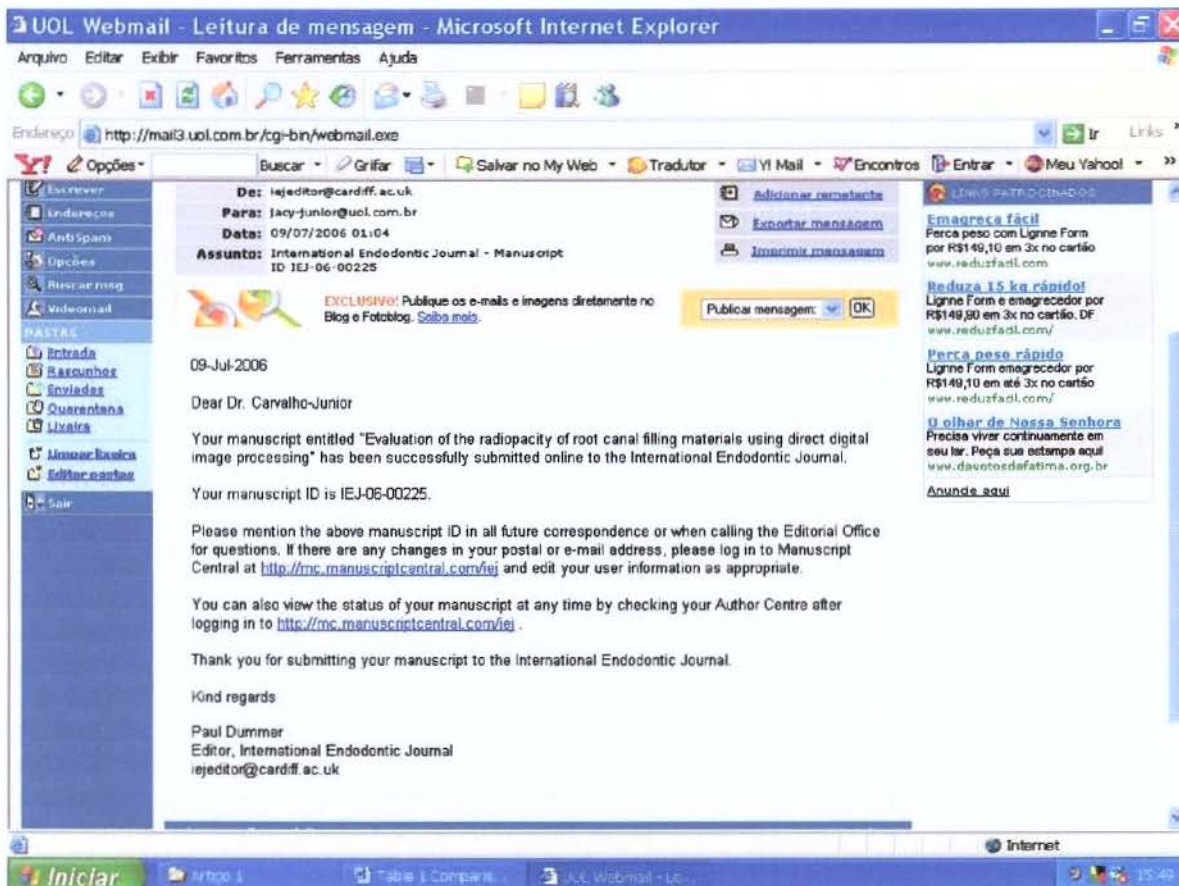


Figura 4 - Corpos-de-prova (A = GS1, B = GS2, C = GS3, D = GS4, E = GS5, F = GS6, G = GS7) do teste de solubilidade, armazenados em recipientes contendo a quantidade de água destilada e deionizada específica para cada grupo.



5- Alteração dimensional pós-presa

Os moldes de Teflon[®], com dois orifícios, confeccionados para obter corpos-de-prova cilíndricos com medidas específicas, de acordo com cada grupo, foram preenchidos com os cimentos obturadores. Estes foram armazenados e tiveram suas extremidades lixadas numa politriz com o auxílio de uma lixa d'água de granulação 600, para regularização da superfície como descrito anteriormente.

Logo após, os corpos-de-prova foram removidos do molde, e o comprimento mensurado com um micrômetro, com precisão de 0,01mm, (Mitutoyo MTI Corporation, Tóquio, Japão). Em seguida, foram armazenados em recipiente plástico, com tampa, contendo quantidade de água destilada e deionizada específica para cada grupo (GAD1=30 ml; GAD2=15,22 ml; GAD3=11,19 ml; GAD4=8,96 ml; GAD5=6,72 ml; GAD6=4,48 ml; GAD7=2,24 ml) (Tabela 2 e Figura 5), a 37°C e umidade relativa do ar de 95%, por 30 dias. Um cálculo percentual simples foi realizado para determinar esses valores, em ml. Posteriormente, os corpos-de-prova foram removidos do recipiente, o excesso de água retirado com o auxílio de papel absorvente e o comprimento mensurado novamente.

A porcentagem das alterações dimensionais para cada grupo foi calculada utilizando a seguinte formula matemática: $[(L_{30} - L)/L] \times 100$, onde L é o comprimento inicial do corpo-de-prova e L_{30} é o comprimento do corpo-de-prova após 30 dias de armazenagem. A media aritmética de cinco repetições para cada cimento foi determinada como sendo a alteração dimensional do cimento estudado.

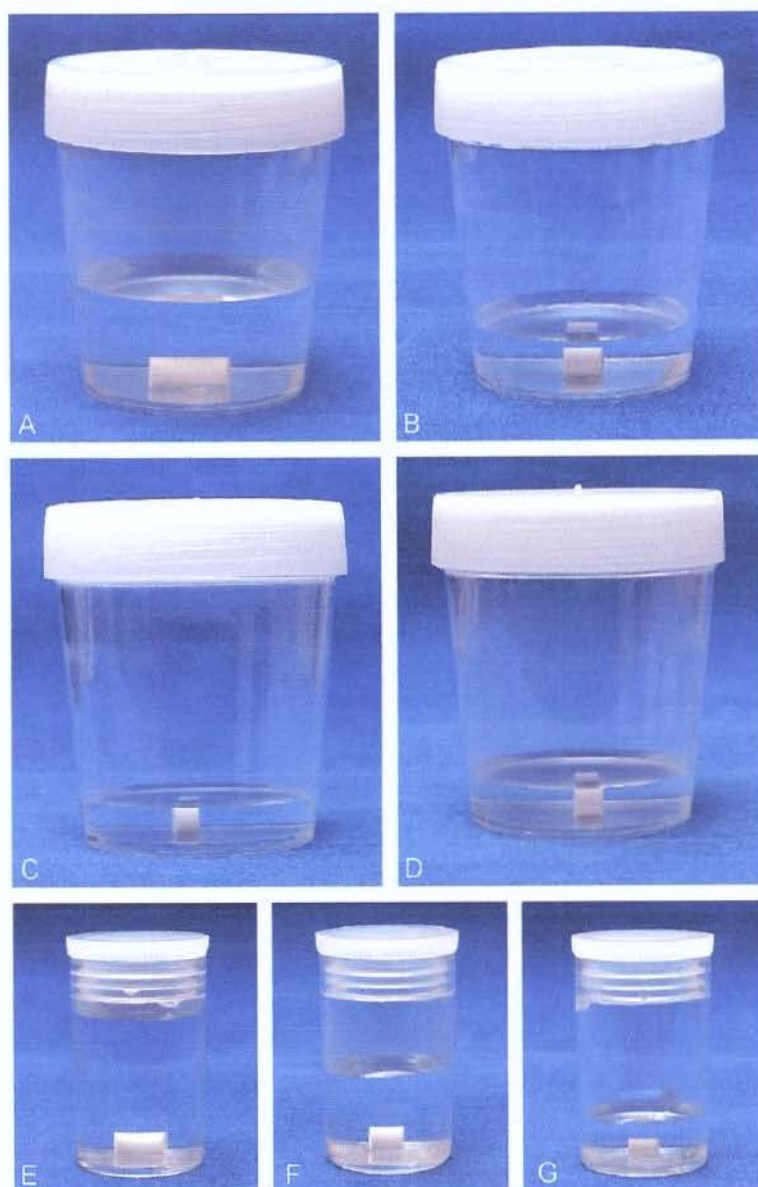


Figura 5 - Corpos-de-prova (A = GAD1, B = GAD2, C = GAD3, D = GAD4, E = GAD5, F = GAD6, G = GAD7) do teste de alteração dimensional pós-presa, armazenados em recipientes contendo quantidades de água destilada e deionizada específica para cada grupo.

6 - Análise estatística

Quando os testes de normalidade, aplicados aos valores originais da variação percentual de solubilidade e alteração dimensional pós-presa, indicaram que a distribuição não era normal, o teste de Kruskal-Wallis foi aplicado. O nível de significância determinado foi de 5%. O programa estatístico SPSS 11.0 (SPSS Inc., Chicago, Ill, E.U.A.) (Norman & Streiner 2000) foi utilizado nesse estudo.

Para a determinação da correlação entre a massa inicial e a diferença entre as massas inicial e final, para o teste de solubilidade; e entre o comprimento inicial e a diferença entre os comprimentos inicial e final, para o teste de alteração dimensional pós-presa, o coeficiente de relação de Pearson foi aplicado, com nível de significância de 5%, por meio do programa estatístico SPSS 11.0 (SPSS Inc., Chicago, Ill, E.U.A.) (Norman & Streiner 2000).

CARTA DE APRESENTAÇÃO PARA ENVIO DO ARTIGO

Carta de envio do artigo referente ao Capítulo I



STATE UNIVERSITY OF CAMPINAS
DENTAL SCHOOL OF PIRACICABA



July 08, 2006.

Dr. Paul Dummer

Editor - International Endodontic Journal.

Dr. Dummer,

I am sending the manuscript "**Evaluation of the radiopacity of root canal filling materials using direct digital image processing**". I would like to submit this manuscript to the publication in the International Endodontic Journal.

Sincerely,

Lourenço Correr Sobrinho

Corresponding author

Prof. Dr. Lourenço Correr Sobrinho
Faculdade de Odontologia de Piracicaba - UNICAMP
Av. Limeira, 901 - CP 52
Piracicaba - SP - Brazil
CEP - 13414-903 -
Tel: (19) 3412-5348
sobrinho@fop.unicamp.br