

Artigo Original de Pesquisa

Tempo de endurecimento de alguns cimentos endodônticos à base de óxido de zinco e eugenol

Setting times of some zinc oxide and eugenol based endodontic sealers

Rivail Antonio Sérgio FIDEL*
Rosiléa Dassié Pansini GRANEIRO**
Luciana Carvalho REIS***
Viviane Dias Martini Alves NASCIMENTO****
Sandra Rivera FIDEL*****

Endereço para correspondência:

Rivail Antonio Sérgio Fidel
Rua Dr. Otavio Kelly, 63 – ap. 301 – Tijuca
Rio de Janeiro – RJ – CEP 20511-280
E-mail: rivail@uerj.br

* Professor titular da FO-UERJ.
** Mestre em Endodontia pela FO-UERJ.
*** Mestranda em Endodontia pela FO-UERJ.
**** Especialista em Endodontia pela FO-UFF.
***** Professora adjunta da FO-UERJ.

Recebido em 19/11/07. Aceito em 21/12/07.

Palavras-chave:

tempo de endurecimento;
cimentos endodônticos;
óxido de zinco e eugenol.

Resumo

Objetivo: Procurou-se analisar *ex vivo* o tempo de endurecimento dos cimentos endodônticos nacionais à base de óxido de zinco e eugenol: Endofill®, Intrafill®, cimento de Rickert (LenzaFarm®), Pulp Fill® e Target®. **Material e métodos:** O tempo de endurecimento dos cimentos endodônticos foi obtido de acordo com a especificação n.º 57 da American Dental Association. **Resultados:** A análise das médias indicou a existência de diferença altamente significativa entre os tempos de endurecimento dos cimentos. **Conclusão:** Considerando a propriedade avaliada, os cimentos Target® e Intrafill® mostraram valores mais compatíveis com a atividade clínica.

Keywords:

setting times; endodontic sealers; zinc oxide and eugenol.

Abstract

Objective: To analyse ex-vivo setting times of national zinc oxide and eugenol based root canal sealers: Endofill®, Intrafill®, Rickert's sealer (LenzaFarm®), Pulp Fill® and Target®. **Material and methods:** The setting times was obtained in accordance with the specification n.º 57 of the Dental American Association. **Results:** The analysis of the averages indicated the existence of highly significant difference between the setting times of the sealers. **Conclusion:** Considering the evaluated property, the cement Target® and Intrafill® have shown values more compatible with the clinical activity.

Introdução

O sucesso do tratamento endodôntico depende do completo debridamento do sistema de canais radiculares, da eliminação dos organismos patogênicos e da completa obturação do canal [22].

É indispensável a utilização de cimentos endodônticos para selar o espaço entre a parede dentinária e a interface do material obturador [8]. Os cimentos devem ocupar os túbulos dentinários, unir as fases orgânica e inorgânica da dentina, destruir ou neutralizar microrganismos incluindo seus subprodutos e finalmente induzir a neoformação cementária [13].

Em relação aos estudos das propriedades físico-químicas dos cimentos obturadores dos canais radiculares, deve-se dar ênfase na especificação número 57 para materiais obturadores do sistema de canais radiculares da American Dental Association (ADA) [3], cujo trabalho contém a análise do tempo de endurecimento dos cimentos obturadores.

Assim, tem-se observado a importância dos cimentos endodônticos no selamento hermético do sistema de canais radiculares que, embora utilizados como materiais coadjuvantes, vêm demonstrando influência no sucesso da terapia endodôntica. O objetivo deste estudo foi analisar *ex vivo* o tempo de endurecimento dos cimentos endodônticos nacionais à base de óxido de zinco e eugenol: Endofill®, Intrafill®, cimento de Rickert (LenzaFarm®), Pulp Fill® e Target®.

Material e métodos

O experimento foi realizado no Laboratório de Pesquisa de Endodontia da Faculdade de Odontologia da Universidade do Estado do Rio de Janeiro, de acordo com a especificação n.º 57 para cimentos obturadores de canais radiculares da ADA [3].

A especificação n.º 57 determina que todos os testes sejam feitos nas condições ambientais de 23°C ± 2°C de temperatura e 50% ± 5% de umidade

relativa do ar, o que foi rigorosamente obedecido. Essas condições foram obtidas e mantidas por meio de aparelhos de ar condicionado e aparelho desumidificador e verificadas por intermédio de um higrômetro-termômetro da marca Empex® (Tóquio – Japão).

Analisou-se o tempo de endurecimento dos cimentos endodônticos Endofill®, Intrafill®, cimento de Rickert (LenzaFarm®), Pulp Fill® e Target® (figuras 1 a 5).



Figura 1 - Apresentação comercial do cimento Endofill® (Dentsply)



Figura 2 - Apresentação comercial do cimento Intrafill® (SS White)



Figura 3 - Apresentação comercial do cimento de Rickert (LenzaFarm®)



Figura 4 - Apresentação comercial do cimento Pulp Fill® (Biodinamica)



Figura 5 - Apresentação comercial do cimento Target® (Konne®)

Para realizar este experimento, foram confeccionados moldes de aço inoxidável cilíndricos com diâmetro interno de 10 mm e espessura uniforme de 2 mm. Os moldes foram fixados em suas faces externas, com auxílio de cera utilidade, sobre uma placa de vidro de 1 mm de espessura por 25 mm de largura e 75 mm de comprimento (figura 6).

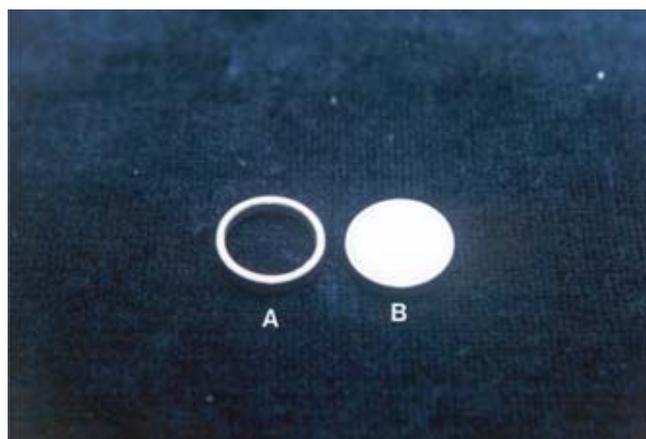


Figura 6 - Moldes circulares para o teste de tempo de endurecimento - molde vazio (A) e molde preenchido pelo material testado (B)

O cimento a ser testado foi manipulado e colocado no interior do cilindro metálico, até que este ficasse totalmente preenchido (figura 6). Passados $120 \text{ s} \pm 10 \text{ s}$ do fim da mistura, o conjunto placa de vidro-molde foi colocado sobre uma placa metálica de dimensões 10 mm X 20 mm X 10 mm, que foi acondicionado dentro de um recipiente plástico com vedação hermética. Assim, o conjunto formado por corpo-de-prova/lâmina de vidro/cilindro metálico foi mantido dentro da câmara climatizada até o fim do teste a uma temperatura constante de 37°C e umidade relativa do ar de 95%, em uma estufa laboratorial da marca Fanem Ltda. (SP-BR).

Decorrido o tempo de endurecimento estabelecido pelo fabricante, uma agulha tipo Gilmore de $100 \text{ g} \pm 0,5 \text{ g}$ e ponta ativa de $2,0 \text{ mm} \pm 0,1 \text{ mm}$ de diâmetro foi cuidadosa e verticalmente colocada sobre a superfície horizontal do material (figura 7). Limpou-se a ponta e repetiu-se essa operação até não ocorrerem indentações. Marcou-se o tempo do início da mistura até as marcas da agulha deixarem de ser visíveis na superfície do cimento testado. Foram realizadas 5 repetições para o cimento estudado, obtendo-se a média aritmética que representa o tempo de endurecimento do material testado. Se os resultados fossem diferentes que $\pm 5\%$, os testes tinham de ser repetidos.



Figura 7 - Simulação do teste de tempo de endurecimento, com a agulha de Gilmore posta sobre a amostra do material testado

O tempo de endurecimento tem de ser igual ao estabelecido pelo fabricante $\pm 10\%$, quando testado por esse método. Para cimentos que têm um tempo de endurecimento maior que 30 min e menor que ± 72 h, para o qual o fabricante determina um limite, o tempo de endurecimento medido ocorrerá dentro do limite estabelecido pelo fabricante.

Resultados

O teste de Shapiro-Wilk, no nível de significância de 5%, indicou a normalidade dos dados relativos ao tempo de endurecimento ($p > 0,05$) para os cimentos Endofill®, Intrafill®, cimento de Rickert (LenzaFarm®) e Pulp Fill®, e a não normalidade ($p < 0,05$) para os dados do Target®, conforme sinalizado na tabela I.

Tabela I - Tempo de endurecimento - Teste de Shapiro-Wilk

	Cimentos	Estatística de Shapiro-Wilk		
		W	Graus de liberdade	Valor-p
Tempo de endurecimento	Endofill	,950	5	,678
	Intrafill	,994	5	,990
	Cimento de Rickert	,837	5	,203
	Pulp Fill	,954	5	,708
	Target	,738	5	,034

O gráfico 1 de caixa (*box plot*) apresenta a distribuição dos valores observados do tempo de endurecimento, de acordo com cada cimento endodôntico utilizado.

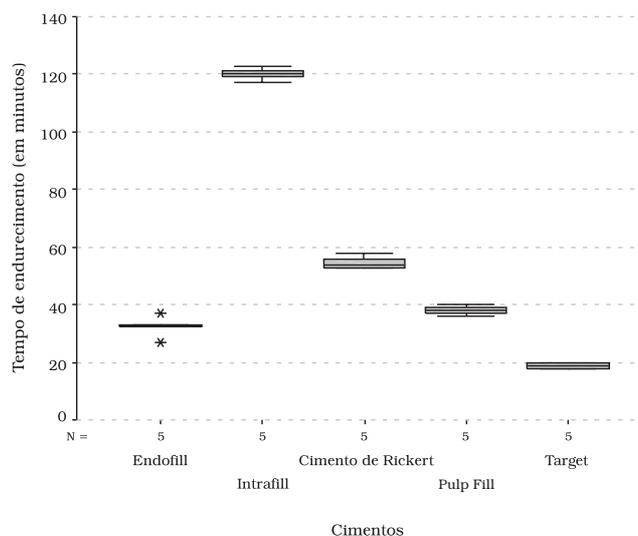


Gráfico 1 - Tempo de endurecimento

Como a condição de normalidade não foi verificada para todos os grupos, a análise de possíveis diferenças entre os cimentos deve ser realizada por métodos não paramétricos, especificamente o teste de Kruskal-Wallis (tabela II) e, caso necessário, o teste de Mann-Whitney.

O teste de Kruskal-Wallis, no nível de significância de 5%, indicou a existência de diferença estatística altamente significativa entre os tempos de endurecimento para os cimentos utilizados ($\chi^2 = 22,852$, g.l:4; valor-p = 0,0001), cuja síntese se encontra na tabela II.

Tabela II - Tempo de endurecimento - Teste de Kruskal-Wallis

Teste de Kruskal-Wallis ^a	
	Endurecimento (em segundos)
Qui-quadrado	22,852
Graus de liberdade	4
Valor-p	,0001

a. Variável de agrupamento: Cimentos

A avaliação da diferença dos tempos de endurecimento entre os cimentos por meio da estatística U do teste de Mann-Whitney, no nível de significância de 5%, evidenciou que todos os cimentos apresentaram diferença estatisticamente significativa ($p < 0,05$) entre si. Esses achados estão presentes na tabela III.

Tabela III - Tempo de endurecimento - Teste de Mann-Whitney

	Intrafill	Cimento de Rickert	Pulp Fill	Target
Endofill	U = 0 valor-p = 0,009 SIM	U = 0 valor-p = 0,009 SIM	U = 1,5 valor-p = 0,021 SIM	U = 0 valor-p = 0,009 SIM
Intrafill		U = 0 valor-p = 0,009 SIM	U = 0 valor-p = 0,009 SIM	U = 0 valor-p = 0,009 SIM
Cimento de Rickert			U = 0 valor-p = 0,009 SIM	U = 0 valor-p = 0,008 SIM
Pulp Fill				U = 0 valor-p = 0,009 SIM

SIM significa existência de associação estatisticamente significativa, no nível de significância de 5%, entre o par de cimentos indicados na linha e na coluna respectiva

Discussão

Para este trabalho foram escolhidos os cimentos endodônticos à base de óxido de zinco e eugenol porque, de acordo com outros autores [2, 7, 16, 17], esse tipo de cimento ainda é o mais utilizado na obturação do sistema de canais radiculares.

Foi considerado de fundamental importância o estudo das propriedades físico-químicas. Soares e Goldberg [19] afirmaram que, quando se escolhe um cimento endodôntico, se deve fazê-lo pensando em melhor aproveitar suas propriedades físico-químicas.

As substâncias químicas adicionadas ao cimento à base de óxido de zinco e eugenol têm como finalidade proporcionar melhores propriedades físico-químicas. O endurecimento deve-se fundamentalmente à reação entre óxido de zinco e eugenol [15, 20].

A reação de endurecimento do óxido de zinco e eugenol é essencialmente iônica, e o eugenol serve como doador de próton (H^+). O hidrogênio fenólico no eugenol é substituído pelos íons zinco para formar um quelato óxido de zinco e eugenol [10].

O mecanismo de endurecimento dos cimentos à base de óxido de zinco e eugenol é resultante de misturas equimolares desses dois elementos, que consistem em óxido de zinco envolvido em uma matriz de cristais longos, à semelhança de uma cobertura, do quelato eugenolato de zinco [5, 21]. E qualquer excesso de eugenol é sorvido por ambos, ou seja, o eugenolato e o óxido de zinco [5].

A massa endurecida é formada de óxido de zinco envolvido por uma matriz de quelato eugenolato de zinco, que possui a seguinte fórmula: $(C_{10}H_{11}O_2)_2Zn$ [6].

De acordo com alguns autores [1, 12], um cimento que endurece no interior do canal radicular em poucos minutos pode ser um ponto desfavorável para o operador que necessitar de ajustes na obturação. Por outro lado, um cimento que endurece muito lentamente pode irritar os tecidos periapicais, por causa do excesso de eugenol, que resulta em uma quelação incompleta ou pode servir de causa da contração do cimento.

Neste estudo o tempo de endurecimento variou de 19 min para o Target® a 2 h para o Intrafill®. A análise das médias indicou a existência de diferença altamente significativa entre os tempos de endurecimento dos cimentos.

Vários estudos [4, 12, 14, 18, 23, 24] determinaram que o aumento da temperatura e da umidade relativa do ar diminui o tempo de endurecimento.

Batchelor e Wilson [4] afirmaram que a consistência e o tempo de endurecimento estão relacionados, sendo ambos medidos pelo desenvolvimento de forças, além de serem mutuamente afetados pelos fatores que influenciam na velocidade da reação de endurecimento, tais como umidade e temperatura. Por esse motivo foram estabelecidas neste estudo, antes da realização dos testes das propriedades físico-químicas dos cimentos endodônticos, as relações pó/líquido necessárias para atingir a consistência clínica ideal preconizada por Grossman [11].

O endurecimento do material aferido na placa não guarda relação com o que ocorre clinicamente, onde a temperatura e a umidade da cavidade bucal não interferem no processo. As quantidades de material utilizado nas condições clínicas e laboratoriais são diferentes [12]. Para evitar os efeitos que as variações da umidade e da temperatura poderiam provocar nos resultados dos testes, seguiu-se a determinação da ADA, que preconiza as condições ambientais em 37°C e a umidade relativa do ar de 95%.

Segundo a norma utilizada neste trabalho, o tempo de endurecimento tem de ser igual ao estabelecido pelo fabricante ($\pm 10\%$), e para cimentos que têm tempo de endurecimento maior que 30 min e menor que 72 h o valor medido deverá estar de acordo com o limite estabelecido pelo fabricante.

O Intrafill® foi o único a fornecer o tempo de endurecimento, e seu valor estava de acordo com o estabelecido pelo fabricante.

Conforme Grossman [12], o tempo de endurecimento de um cimento endodôntico deve ser de aproximadamente 20 min. Neste estudo, com uma média de 19 min, o Target® demonstrou o valor mais próximo do tempo preconizado por Grossman [12].

Fidel [9] concluiu que os cimentos obturadores do sistema de canais radiculares do tipo cimento de Grossman têm o tempo de endurecimento dependente do pH da resina natural empregada, da umidade relativa do ar no momento de sua fabricação e ainda da quantidade do agente retardador empregado no pó (o tetraborato de sódio anidro) e no líquido (o óleo de amêndoas doces).

O menor tempo de endurecimento apresentado pelo Target® provavelmente ocorreu pela presença de resina natural, associada à ausência de qualquer óleo vegetal, e pelo equilíbrio entre o subcarbonato de bismuto e o sulfato de bário.

Quanto ao pequeno tamanho das partículas do pó, só podemos especular pela observação clínica, porque tal característica não foi avaliada neste trabalho.

Quanto ao maior valor do Intrafill® fica a dúvida sobre a qualidade das “resinas” e ainda a quantidade de borato de sódio, agente retardador. De qualquer forma, esse cimento demonstrou o tempo de endurecimento preconizado por seu fabricante.

O Endofill® e o Pulp Fill® são compostos por resina hidrogenada, borato de sódio anidro e óleo de amêndoas doces, todos retardadores do tempo de endurecimento.

Com relação ao valor do cimento de Rickert (LenzaFarm®), fica a incerteza quanto a sua composição, pois a presença da resina natural deveria acelerar o seu endurecimento.

Logo, considerando uma ampla faixa de variação dos resultados, novas pesquisas deverão ser realizadas na busca de um cimento endodôntico mais próximo do ideal, tanto no que concerne ao tempo de endurecimento como em relação às outras propriedades físico-químicas, às propriedades biológicas e microbianas, para que possa promover o êxito na terapia endodôntica.

Conclusão

De acordo com a metodologia empregada neste trabalho e com base nos resultados obtidos, pode-se concluir que houve uma ampla faixa de variação, e o cimento Target® demonstrou o valor mais próximo do recomendado por Grossman [12].

Apesar de não preencherem os requisitos para alteração dimensional após endurecimento preconizados pela norma utilizada, os cimentos Target® e Intrafill® mostraram valores mais compatíveis com a necessidade clínica.

Referências

1. Allan NA, Walton RE, Schaffer M. Setting times for endodontic sealers under clinical usage and in vitro conditions. *J Endod.* 2001 June;27(6):421-3.
2. Alonso FS, Camões ICG, Gomes CC, Freitas LF, Pinto SS. Análise comparativa do escoamento de dois cimentos endodônticos: Endofill e AH Plus. *Ufes Rev Odontol.* 2005 Jan/Abr;7(1):48-54.
3. American National Standard / American Dental Association. Specification n. 57 for Endodontic Sealing Materials; 2000.
4. Batchelor RF, Wilson AD. Zinc oxide-eugenol cements. I. The effect of atmospheric conditions on rheological properties. *J Dent Res.* 1969 Sept/Oct;48(5):883-7.
5. Brauer GM. New developments in zinc oxide-eugenol cement. *Annals of Dentistry.* 1967 Feb;26(2):44-50.
6. Brauer GM, White EE, Moshonas MG. The reaction of metal oxides with o-ethoxybenzoic acid and other chelating agents. *J Dent Res.* 1958 June;37(3):547-60.
7. Camps J, Pommel L, Bukiet F, About I. Influence of the powder / liquid ratio on the properties of zinc oxide-eugenol-based root canal sealers. *Dent Mater.* 2004 Dec;20(10):915-23.
8. Cohen S, Hargreaves KM. *Pathways of the Pulp.* 9. ed. St. Louis: Mosby; 2007.
9. Fidel RAS. Estudos das propriedades físico-químicas de alguns cimentos obturadores dos canais radiculares contendo hidróxido de cálcio. [Tese – Doutorado em Endodontia]. Ribeirão Preto: Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto, Universidade de São Paulo; 1993. 122 p.

10. Fragola A, Pascal S, Rosengarten M, Smith A, Blechman H. The effect of varying particle size of the components of Grossman's cement. *J Endod.* 1979 Nov;5(11):336-9.
11. Grossman LI. *Endodontic practice*. 8. ed. Philadelphia: Lea & Febiger; 1974.
12. Grossman LI. Physical properties of root canal cements. *J Endod.* 1976 June;2(6):166-75.
13. Mazinis E, Eliades G, Lambrianides T. An FTIR study of various endodontic sealers. *J Endod.* 2007 May;33(5):616-20.
14. McMichen FR, Pearson G, Rahbaran S, Gulabivala H. A comparative study of selected physical properties of five root-canal sealers. *Int Endod J.* 2003 Sept;36(9):629-35.
15. Nielsen BA, Beeler WJ, Vy C, Baumgartner JC. Setting times of resilon and other sealers in aerobic and anaerobic environments. *J Endod.* 2006 Feb;32(2):130-2.
16. Saquy PO. Algumas características de tratamentos endodônticos realizados por cirurgiões-dentistas de Ribeirão Preto. [Dissertação – Mestrado em Endodontia]. Ribeirão Preto: Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto, Universidade de São Paulo; 1989. 33 p.
17. Sen BH, Piskin B, Baran N. The effect of tubular penetration of root canal sealers on dye microleakage. *J Endod J.* 1996;26:23-8.
18. Skinner EW, Cooper EN, Ziehm HW. Some physical properties of zinc oxide-eugenol impression pastes. *J Am Dent Assoc.* 1950 Oct;41(10):449-55.
19. Soares IJ, Goldberg F. *Endodontia: técnica e fundamentos*. Porto Alegre: Artmed; 2001.
20. Sousa-Neto MD. Estudo da influência de diferentes tipos de breus e resinas hidrogenadas sobre as propriedades físico-químicas do cimento obturador dos canais radiculares do tipo Grossman. [Tese – Doutorado em Endodontia]. Ribeirão Preto: Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto, Universidade de São Paulo; 1997. 108 p.
21. Spangberg LSW. Tratamento endodôntico de dentes sem periodontite apical. In: Orstavik D, Pitt Ford TR. *Fundamentos da endodontia: prevenção e tratamento da periodontite apical*. São Paulo: Santos; 2004. cap. 10. p. 211-41.
22. Sundqvist G, Figdor D. Obturação do canal radicular. In: Orstavik D, Pitt Ford TR. *Fundamentos da endodontia: prevenção e tratamento da periodontite apical*. São Paulo: Santos; 2004. cap. 11. p. 242-77.
23. Uhrich JM, Moser JB, Heuer MA. The rheology of selected root canal sealer cements. *J Endod.* 1978 Dec;4(12):373-9.
24. Wallace DA, Hansen HL. Zinc oxide-eugenol cements. *J Amer Dent Assoc.* 1939 Sept;26(9):1.536-40.