

**Escola de Ciências
da Saúde**



Bruna Goulart Ribeiro

Carolina dos Santos Lima

**Influência do pH na solubilidade de cimentos endodônticos à base de silicato
de cálcio**

Rio de Janeiro, RJ

2023

Bruna Goulart Ribeiro
Carolina dos Santos Lima

Influência do pH na solubilidade de cimentos endodônticos à base de silicato de cálcio

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado à Universidade do Grande Rio "Professor José de Souza Herdy", como parte dos requisitos parciais para obtenção do grau de bacharel em Odontologia.

Orientador: Emmanuel João Nogueira Leal da Silva

Rio de Janeiro, RJ

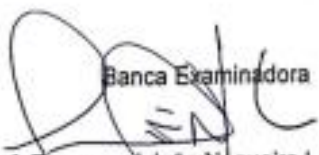
2023

Bruna Goulart Ribeiro
Carolina dos Santos Lima

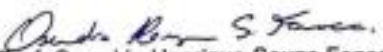
Influência do pH na solubilidade de cimentos obturadores à base de silicato de cálcio

Trabalho de Conclusão de Curso
apresentado à Universidade do Grande
Rio "Professor José de Souza Herdy",
como parte dos requisitos parciais para
obtenção do grau de bacharel em
Odontologia.

Aprovado em 04 de Julho de 2013.


Banca Examinadora
Prof. Emmanuel João Nogueira Leal da Silva
Universidade do Grande Rio


Prof. Katiana Accioly Lins Vidal
Universidade do Grande Rio


Prof. Oswaldo Henrique Souza Fonseca
Universidade do Grande Rio

RESUMO

Objetivo: O objetivo do presente estudo foi de analisar a influência do pH na solubilidade de cimentos endodônticos à base de silicato de cálcio (AH Plus Bioceramic e o Bio-C Sealer).

Metodologia: Corpos de prova dos cimentos AH Plus Bioceramic e Bio-C Sealer foram preparados e escaneados em um micro-CT. Posteriormente, os corpos de prova foram imersos individualmente em frascos plásticos e armazenados a 37°C em água destilada com pHs 5 ou 7, por 24 horas e 7 dias. Após imersão em água destilada os corpos de prova foram novamente escaneados e a solubilidade foi calculada como porcentagens da massa original. O teste de Lilliefors revelou que os dados foram normalmente distribuídos; assim, a análise estatística foi realizada usando o teste t independente assumindo um erro alfa de 5%.

Resultados: Não foram observadas diferenças na variação volumétrica entre o AH Plus Bioceramic e o Bio-C Sealer para ambos os valores de pH ($P > .05$). Além disso, não foram observadas diferenças para um mesmo cimento quando os diferentes valores de pH foram comparados ($P > .05$).

Conclusão: A solubilidade do AH Plus Bioceramic e do Bio-C Sealer foram similares. O pH não influenciou diretamente a solubilidade dos cimentos endodônticos testados.

Palavras-chave: pH, solubilidade, silicato de cálcio, endodontia

ABSTRACT

Objective: The aim of this study was to analyze the influence of pH on the solubility of calcium silicate-based endodontic cements (AH Plus Bioceramic and Bio-C Sealer).

Methodology: Specimens of AH Plus Bioceramic and Bio-C Sealer cements were prepared and scanned in a micro-CT. Subsequently, the specimens were individually immersed in plastic bottles and stored at 37°C in distilled water with pH 5 or 7 for 24 hours and 7 days. After immersion in distilled water the specimens were scanned again and the solubility was calculated as percentages of the original mass. Lilliefors' test revealed that the data were normally distributed; thus, statistical analysis was performed using the independent t-test assuming an alpha error of 5%.

Results: No differences in volumetric change were observed between AH Plus Bioceramic and Bio-C Sealer for both pH values ($P > .05$). Furthermore, no differences were observed for the same cement when the different pH values were compared ($P > .05$).

Conclusion: The solubility of AH Plus Bioceramic and Bio-C Sealer were similar. The pH did not influence directly the solubility of the tested endodontic cements.

Keywords: pH, solubility, calcium silicate, endodontics

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO.....	6
2. PROCEDIMENTOS METODOLÓGICOS.....	7
2.1. AVALIAÇÃO DA SOLUBILIDADE.....	8
2.2 ANÁLISE ESTATÍSTICA.....	10
3. RESULTADOS.....	10
4. DISCUSSÃO.....	11
5. CONCLUSÃO.....	12
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	13

1. INTRODUÇÃO

Os materiais reparadores radiculares à base de silicato de cálcio têm sido amplamente utilizados na Endodontia devido ao seu potencial bioativo bem documentado e alta biocompatibilidade¹⁻³. Essas propriedades biológicas favoráveis promoveram o desenvolvimento de cimentos endodônticos à base de silicato de cálcio mediante alterações em sua composição. Apesar de serem biocompatíveis e bioativos, os materiais obturadores de canal radicular à base de silicato de cálcio atualmente disponíveis têm apresentado algumas propriedades físico-químicas críticas com resultados não adequados, como a alta solubilidade e incapacidade de endurecer em algumas condições, mesmo após longos períodos.

A solubilidade é a capacidade de uma substância se dissolver quando em contato com outra⁴, e a estabilidade dimensional é a propriedade de um material em manter seu tamanho e forma⁵. Os cimentos endodônticos devem apresentar baixa solubilidade, a fim de evitar a dissolução por fluidos teciduais e liberação de componentes irritantes aos tecidos adjacentes⁶. Metodologias utilizando microtomografia computadorizada (micro-CT) têm sido indicadas para permitir uma melhor avaliação do comportamento dimensional dos materiais testados, complementando os testes convencionais de solubilidade e estabilidade dimensional através de uma análise tridimensional de alta precisão^{7,8}. No entanto, são escassos os estudos que avaliaram a influência da variação de pH nas propriedades dos cimentos endodônticos à base de silicato de cálcio⁹. A semelhança entre as formulações dos materiais reparadores e dos cimentos endodônticos à base de silicato de cálcio pode indicar que o pH pode ter também alguma influência nas propriedades desses cimentos^{3,10}.

Os materiais obturadores têm como principal objetivo o selamento de toda a extensão da cavidade endodôntica, proporcionando um preenchimento íntegro e impermeável entre as paredes dos canais radiculares e a guta percha. Para tanto, as propriedades físico-químicas desses materiais são de suma importância, já que alguns fatores como solubilidade, endurecimento e alteração dimensional, são características inerentes que interferem diretamente no selamento hermético dos canais radiculares e, de modo consequente na manutenção de desinfecções.

Portanto o objetivo do presente estudo foi de analisar a influência do pH na estabilidade dimensional de cimentos endodônticos à base de silicato de cálcio (AH Plus Bioceramic e o Bio-C Sealer).

2. PROCEDIMENTOS METODOLÓGICOS

Os cimentos endodônticos utilizados no presente trabalho foram o AH Plus Bioceramic (Dentsply-Sirona, Suíça) e o Bio-C Sealer (Angelus, Londrina, Brasil), ilustrados na **figura 1**. Os mesmos foram preparados de acordo com as instruções de seus fabricantes. Na **Tabela 1** encontram-se os respectivos fabricantes, números de lote, composições e proporções de cada material.

Figura 1. Cimentos endodônticos utilizados



Legenda: (A) - AH Plus Bioceramic (Dentsply-Sirona, Suíça); (B) - Bio-C Sealer (Angelus, Londrina, Brasil).

Fonte: [https://www.dentalcremer.com.br/kit-cimento-endodontico-ah-plus-bioceramico-starter-dentsply-](https://www.dentalcremer.com.br/kit-cimento-endodontico-ah-plus-bioceramico-starter-dentsply-133207.html?gclid=EAlaIQobChMIhIqBiojE_wIVLTrUAR3kAgmnEAQYASABEgKTh_D_BwE)

[133207.html?gclid=EAlaIQobChMIhIqBiojE_wIVLTrUAR3kAgmnEAQYASABEgKTh_D_BwE](https://www.dentalcremer.com.br/kit-cimento-endodontico-ah-plus-bioceramico-starter-dentsply-133207.html?gclid=EAlaIQobChMIhIqBiojE_wIVLTrUAR3kAgmnEAQYASABEgKTh_D_BwE);

https://www.dentalecia.com.br/cimentoendodonticobiocsealerangelus/p?idsku=5848&gad=1&gclid=EAlaIQobChMIzoaylpnE_wIVSDjUAR2sWwhbEAQYAIAABEgJif_D_BwE

Tabela 1. Cimentos endodônticos e seus respectivos lotes, fabricantes, composição e proporção.

Cimento/ Número do lote	Fabricante	Composição	Proporção
AH Plus Bioceramic (KI220616)	Dentsply- Sirona, Baillagues, Suíça	Dióxido de zircônio, Silicato tricálcico, Dimetil sulfóxido, Carbonato de lítio, Agentes espessantes	Pronto para uso
Bio-C Sealer (12203823 0213052021)	Angelus, Londrina, Brasil	Silicato de cálcio, aluminato de cálcio, óxido de cálcio, óxido de zircônio, óxido de ferro, dióxido de silício e agente de dispersão.	Pronto para uso

Fonte: O autor, 2023.

2.1 AVALIAÇÃO DA SOLUBILIDADE

As análises de solubilidade foram realizadas com base nas normas ISO 6876: 2012 e de acordo com as modificações propostas por Carvalho-Junior et al. (2007). Moldes de plástico partidos ao meio ($7,75 \pm 0,10$ mm de diâmetro; $1,50 \pm 0,10$ mm de altura) foram fixados, colocados em uma placa de vidro e preenchidos com os materiais obturadores (**Figura 2**). Como o AH Plus Bioceramic e o BioC Repair requerem umidade para tomar presa, dois pedaços de pano úmido foram colocados entre o molde e as placas de vidro, conforme descrito anteriormente¹¹. Os materiais obturadores ($n = 5$, para cada material) foram armazenados a 37°C e umidade relativa de 95% por um período 50% maior do que o tempo de presa determinado pelo fabricante (de acordo com a ISO 6876: 2012) e então foram removidos dos moldes. Após esse período, as amostras foram escaneadas no aparelho de micro-CT SkyScan 1174 com os seguintes parâmetros: 800mA e 50kV, filtro de alumínio de 0,5 mm de espessura, passo de rotação de $0,7^\circ$ sobre 360° de rotação em torno do eixo vertical, tempo de exposição da câmera de 5200 milissegundos por rotação e uma resolução isotrópica de 16 μm . As imagens foram reconstruídas utilizando o software NRecon (v1.6.1.0; Bruker) com os seguintes parâmetros: correção de endurecimento do feixe de 35%, correção de artefato de anel de 3 e suavização de 9 para todas as imagens, resultando na aquisição de 450 a 500 cortes axiais por amostra. Em seguida, o volume inicial (mm^3) do cimento endodôntico foi calculado com o software CTAn (v. 1.6.6.0, Bruker).

Posteriormente, os corpos-de-prova foram imersos individualmente em frascos plásticos fechados contendo 7,5 mL de meio de imersão (**Figura 2**) e armazenados a 37 °C por 24 h (n = 5) e 7 dias (n = 5). Os corpos-de-prova foram suspensos e imersos no meio do frasco. As seguintes condições de exposição foram investigadas:

1. água destilada (pH $5,0 \pm 0,1$);
2. água destilada (pH $7,0 \pm 0,1$);

O pH foi medido por pHmetro (Kasvi, São José do Pinhais, PR, Brasil) previamente calibrado com soluções tampão (pH 4, 7 e 10) e ajustado a cada 48 horas com solução de NaOH 0,5 mol L⁻¹ (Sigma-Aldrich, St Louis, MO, EUA) e solução de HCl 12 mol L⁻¹ (Sigma-Aldrich). A temperatura ambiente durante a medição foi de 25 °C. Após o período de imersão, os corpos-de-prova foram retirados dos frascos plásticos, lavados com 2 mL de água destilada, cuidadosamente secos em papel absorvente por 1 min para retirada do excesso de umidade e foi realizado um novo escaneamento em microCT. Ao final de cada período experimental, o procedimento foi repetido para cada corpo de prova. As amostras foram armazenadas novamente a 37 °C até que o período seguinte fosse concluído, e as avaliações de solubilidade em 7 dias fossem realizadas cumulativamente.

Figura 2. Confeccção dos corpos de prova



Legenda: (A) - Moldes de plástico partidos ao meio ($7,75 \pm 0,10$ mm de diâmetro; $1,50 \pm 0,10$ mm de altura); (B) - Corpo de prova imerso individualmente em frasco de plástico fechado contendo 7,5 mL de meio de imersão.

Fonte: O autor, 2023.

O processamento e a análise das imagens foram realizados por um avaliador blindado com relação ao grupo das amostras usando os softwares ImageJ, CTVol e CTAn (v. 1.6.6.0, Bruker). Os limites dos valores de cinza usados para identificar cada

cimento foram determinados em um histograma de densidade usando um método de segmentação por limiar, para obter uma imagem formada apenas por pixels em preto e branco. Comparações entre as imagens originais e segmentadas foram realizadas para garantir a precisão da segmentação. Após o procedimento de segmentação, o volume (mm³) dos cimentos em cada imagem do corpo de prova foi calculado usando o plugin de análise tridimensional do software Image J. A alteração volumétrica AV ($AV = [1 - (VF / VI) \times 100]$) foi representada pela variação percentual entre o volume inicial (VI) e final (VF) dos cimentos. Os softwares CTan e CTVol foram usados para criar e visualizar imagens tridimensionais dos materiais obturadores.

2.2 ANÁLISE ESTATÍSTICA

A normalidade dos dados foi confirmada utilizando o teste de Lilliefors ($P > .05$). O teste t independente foi realizado para verificar a influência do pH na variação volumétrica dos cimentos obturadores e comparar os diferentes cimentos sob o mesmo valor experimental de pH. Todos os procedimentos estatísticos foram realizados com um nível de significância de 5% utilizando o software SPSS (Statistical Package for the Social Sciences) (IBM, Armonk, EUA) ($P < .05$).

3. RESULTADOS

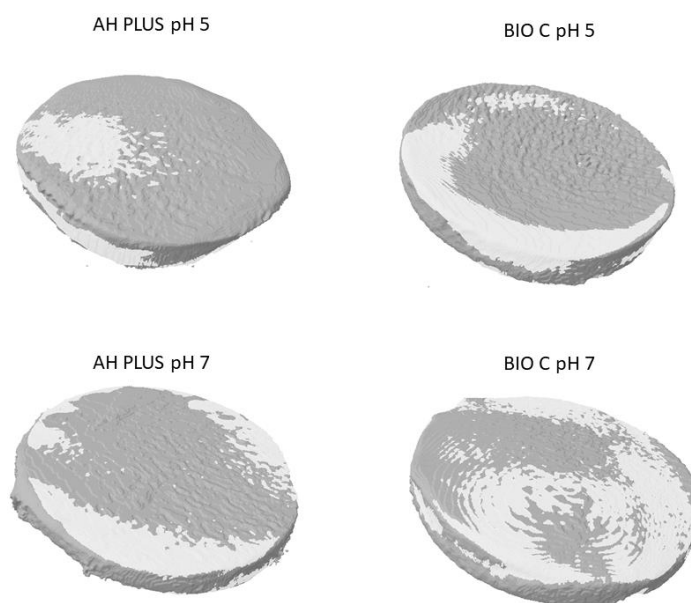
A **Tabela 2** mostra a variação volumétrica de cada cimento obturador expressa como uma porcentagem do volume inicial após os experimentos. Não foram observadas diferenças na variação volumétrica entre o AH Plus Bioceramic e o Bio-C Sealer para ambos os valores de pH ($P > .05$). Além disso, não foram observadas diferenças para um mesmo cimento quando os diferentes valores de pH foram comparados ($P > .05$). A **Figura 3** apresenta exemplos do volume do cimento endodôntico após a realização dos testes.

Tabela 2. Alteração volumétrica (%) dos cimentos endodônticos após os experimentos em diferentes pHs (Média e desvio padrão).

Cimento	pH 7	pH 5
<i>AH Plus Bioceramic</i>	4.1 (± 10.6) ^A	7.0 (± 7.9) ^A
<i>Bio-C Sealer</i>	10.0 (± 4.6) ^A	4.2 (± 5.8) ^A

Fonte: O autor, 2023.

Figura 3. Imagens de micro-CT representativas da alteração volumétrica dos cimentos obturadores após o experimento.



Legenda: A seguinte imagem representa a sobreposição do cimento após 24 horas (na cor branca) e depois de 7 dias (na cor cinza).

Fonte: O autor, 2023.

4. DISCUSSÃO

A presente pesquisa avaliou a influência das mudanças de pH na solubilidade do AH Plus Bioceramic em comparação com o Bio-C Sealer, após imersão em água destilada ($\text{pH } 5,0 \pm 0,1$) e ($\text{pH } 7,0 \pm 0,1$), em diversos momentos. Com relação aos resultados, não foram observadas diferenças na variação volumétrica entre o AH Plus Bioceramic e o Bio-C Sealer para ambos os valores de pH ($P > .05$). Além disso, não foram observadas diferenças para um mesmo cimento quando os diferentes valores de pH foram comparados ($P > .05$).

O AH Plus Bioceramic é um cimento obturador bioativo à base de silicato de cálcio. É apresentado em forma de seringa pré-carregada e auto misturada de pequeno calibre 24. De acordo com seu fabricante, é dimensionalmente estável com baixa solubilidade de 0,11 %. Já o Bio-C Sealer é um cimento pronto para uso, com boa biocompatibilidade e hidrossolúvel. O silicato de cálcio, que está presente na composição deste cimento, apresenta boas propriedades físicas, químicas e biológicas, além de promover um ótimo comportamento bioativo¹².

Para avaliar a alteração volumétrica em um ambiente mais aproximado do clínico, os cimentos endodônticos avaliados no presente estudo foram expostos a dois

ambientes com diferentes valores de pH (pH = 5 e 7). A influência do pH na alteração volumétrica dos cimentos endodônticos foi observada no período experimental de 7 dias. Os dois ambientes, ácido (pH = 5) e básico (pH=7), não influenciaram na alteração volumétrica dos cimentos AH Plus Bioceramic e Bio-C Sealer. No entanto, estes testes apresentam limitações, pois os materiais podem apresentar degradação durante o armazenamento ou absorver água¹³. Além disso, em períodos mais longos de armazenamento, a estabilidade dimensional dos cimentos endodônticos poderia ser aumentada. Futuros estudos devem ser realizados com períodos de teste maiores.

Levando em conta o fato de que as metodologias padronizadas internacionais não preconizam uma análise tridimensional para avaliar a alteração dimensional dos cimentos endodônticos, a metodologia do presente estudo não seguiu as diretrizes dessas normas. Portanto, a alteração dimensional foi avaliada volumetricamente por meio de imagens de microCT, uma metodologia baseada na análise de imagens tridimensionais digitais de alta precisão. A partir dos resultados, observou-se que o AH Plus Bioceramic e o Bio-C Sealer apresentaram estabilidade dimensional e volumétrica sob o efeito da imersão em água destilada em diferentes pHs por um período máximo de avaliação de 7 dias.

Os presentes resultados revelaram que o pH e o meio de imersão não influenciaram diretamente a solubilidade dos cimentos endodônticos em modelo laboratorial. Novos estudos com metodologias que possam chegar o mais próximo das condições clínicas com maior autenticidade devem ser realizados para melhor conhecimento das propriedades físicas e químicas dos cimentos reparadores à base de silicato de cálcio.

5. CONCLUSÃO

A solubilidade do AH Plus Bioceramic e do Bio-C Sealer foram similares. O pH não influenciou diretamente a solubilidade dos cimentos endodônticos testados.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Kebudi BM, Schembri WP, Camilleri J. Influence of environment on testing of hydraulic sealers. *Sci Rep*. 2017 Dec 20;7(1):17927.
2. Bolhari B, Nekoofar MH, Sharifian M, Ghabrai S, Meraji N, Dummer PM. Acid and microhardness of mineral trioxide aggregate and mineral trioxide aggregate-like materials. *J Endod*. 2014 Mar;40(3):432-5.
3. Wang Z, Ma J, Shen Y, Haapasalo M. Acidic pH weakens the microhardness and microstructure of three tricalcium silicate materials. *Int Endod J*. 2015 Apr;48(4):323-32.
4. Martins CR, Lopes WA, Andrade JB. Solubilidade Das Substâncias Orgânicas. *Química Nova*. 2013; 36(8):1248-1255.
5. Hansen CM. Hansen Solubility Parameters: A User's Handbook. 2. ed. Taylor & Francis Inc; 2007. 544 p.
6. ISO 6876. Root Canal Sealing Materials. Suiça, 2012.
7. Silva EJNL, Ferreira CM, Pinto KP, Barbosa AFA, Colaço MV, Sassone LM. Influence of variations in the environmental pH on the solubility and water sorption of a calcium silicate-based root canal sealer. *Int Endod J*. 2021 Aug;54(8):1394-1402.
8. Torres FFE, Jacobs R, EzEldeen M, Guerreiro-Tanomaru JM, Santos BC dos, Lucas-Oliveira É, Bonagamba TJ, Tanomaru-Filho M. Micro-computed tomography high resolution evaluation of dimensional and morphological changes of 3 root-end filling materials in simulated physiological conditions. *Journal of Materials Science: materials in medicine*. 2020; 31(2): 14-1-14-8.
9. Yang DK, Kim S, Park JW, Kim E, Shin SJ. Different Setting Conditions Affect Surface Characteristics and Microhardness of Calcium Silicate-Based Sealers. *Scanning*. 2018, 7136345.
10. Lee YL, Lee BS, Lin FH, Yun Lin A, Lan WH, Lin CP. Effects of physiological environments on the hydration behavior of mineral trioxide aggregate. *Biomaterials*. 2004 Feb;25(5):787-93.
11. Zhou, H., Ye, M., Dong, J. et al. Robust phosphoproteome enrichment using monodisperse microsphere-based immobilized titanium (IV) ion affinity chromatography. *Nat Protoc* 8, 461–480 (2013).
12. Santos AF. Avaliação da viabilidade celular de fibroblastos L929 e da resposta inflamatória em tecido subcutâneo de ratos ao novo material Bio-C Pulpo. [Dissertação]. Alfenas, Universidade Federal de Alfenas; 2019. 65f.
13. Parirokh M, Torabinejad M. Mineral trioxide aggregate: a comprehensive literature review--Part I: chemical, physical, and antibacterial properties. *J Endod*. 2010 Jan;36(1):16-27.
14. Lopes HP, Siqueira JF. Endodontia: Biologia e Técnica. 5. ed. Rio de Janeiro. GEN Guanabara Koogan; 2020. 832 p.
15. Menchik VHS. Cimentos à base de silicato de cálcio e o sucesso no tratamento endodôntico [tese de graduação]. Porto Alegre: Universidade Federal do Rio Grande do Sul; 2021. 22 p.
16. Fregnani E, Hizatugu R. Endodontia. Uma visão contemporânea. 1. ed. São Paulo. Santos; 2012. 800 p.
17. Leite AMMM. Obtenção em Endodontia [tese de mestrado]. Porto: Universidade Fernando Pessoa; 2014. 49 p.

18. Bastos LAP, Vitti RP, Junior HCJ. Sorção e solubilidade de cimentos endodônticos biocerâmicos e cimento à base de resina epóxica. *Research, Society and Development*. 2021; 10(7)
19. Silva EJNL, Ehrhardt IC, Sampaio GC, Cardoso ML, Oliveira DDS, Uzeda MJ, Calasans-Maia MD, Cavalcante DM, Zuolo ML, De-Deus G. Determining the setting of root canal sealers using an in vivo animal experimental model. *Clin Oral Investig*. 2021 Apr;25(4):1899-1906.
20. Moinzadeh AT, Aznar Portoles C, Schembri Wismayer P, Camilleri J. Bioactivity Potential of EndoSequence BC RRM Putty. *J Endod*. 2016 Apr;42(4):615-21.
21. Urban K, Neuhaus J, Donnermeyer D, Schäfer E, Dammaschke T. Solubility and pH Value of 3 Different Root Canal Sealers: A Long-term Investigation. *J Endod*. 2018 Nov;44(11):1736-1740.