

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL
FACULDADE DE ODONTOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA

**ESPECTROSCOPIA DE ENERGIA DISPERSIVA DE RAIO-X (EDX) E AVALIAÇÃO DO
TEMPO DE PRESA DE CIMENTOS ENDODÔNTICOS A BASE DE SILICATO DE CÁLCIO E A
BASE DE RESINA EPÓXI**

Gabriela Cardoso Ferreira

Porto Alegre
2019

GABRIELA CARDOSO FERREIRA

**ESPECTROSCOPIA DE ENERGIA DISPERSIVA DE RAIO-X (EDX) E AVALIAÇÃO
DO TEMPO DE PRESA DE CIMENTOS ENDODÔNTICOS A BASE DE SILICATO DE
CÁLCIO E A BASE DE RESINA EPÓXI**

Trabalho apresentado ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia da Universidade Federal do Rio Grande do Sul, como requisito final para a obtenção do título de Especialista em Endodontia.

Orientador (a): Prof^a. Dr^a. Fabiana Soares Grecca

Linha de pesquisa: Biomateriais e Técnicas Terapêuticas em Odontologia

Porto Alegre

2019

AGRADECIMENTOS

Aos meus pais, **Rosi e Rogério**, por apoiarem todas decisões que eu já tomei e, principalmente, por entenderem todos momentos de dúvida que passei, em todas as fases eu pude ter certeza que vocês estavam ao meu lado junto com o mano **Dudu**. Queria agradecer ao pai também pela ajuda financeira com os boletos!! Obrigada, **família!**

À minha orientadora, Prof^a. Dr^a. **Fabiana Soares Grecca**, por me incentivar a ser Endodontista, por dar todos puxões de orelha quando necessário e, por elogiar quando cabe ao momento (esses elogios nos levam para frente).

Ao **Lucas Pinheiro**, por ter me ajudado nas duas análises e por ter esperado o tempo de presa junto comigo até tarde da noite! Parceria e amizade sempre presentes.

Aos **professores da Endodontia**, especialmente aos do curso de especialização, Roberta, Patrícia, Tiago, Ricardo, Régis, Pauline, Figueiredo pelos ensinamentos, pelas boas risadas ao longo do curso, pelo agradável convívio na clínica e pelos conselhos tanto endodônticos quanto de vida.

Aos meus **colegas de especialização**, com certeza os dias foram melhores por causa de vocês, pelas brincadeiras e amizade diária. Sei que fiz amigas para o resto da vida, contem comigo para o que precisarem.

Aos **pacientes**, os quais confiaram e me permitiram aprimorar minha prática clínica sempre com paciência.

Aos funcionários da faculdade, em especial, à **Brenda**, sempre disposta a ajudar, reorganizar a agenda de última hora, ir atrás de prontuários perdidos, e isso tudo com um sorriso no rosto!

À todos que contribuíram diretamente e indiretamente com minha formação profissional, muito obrigada.

RESUMO

O objetivo deste estudo foi avaliar através da análise de espectroscopia de energia dispersiva de raio-x (EDX) a composição elementar superficial de cimentos endodônticos a base de silicato de cálcio (Sealer Plus BC e MTA Fillapex) e a base de resina epóxi (Sealer Plus e AH Plus) e, avaliar o tempo de presa desses cimentos. Para o EDX, os materiais testados foram preparados conforme instruções do fabricante e foram confeccionadas três pastilhas padronizadas de cada cimento para análise. Os tempos de presa inicial e final foram medidos avaliando a ausência de indentações causadas por agulhas Gillmore (ASTM C266-08 2008). Os testes ANOVA e *post hoc* de Tuckey foram utilizados para a análise estatística do tempo de presa ($p < .05$) e, para o EDX, a composição química de cada material foi descrita. O cimento AH Plus apresentou o maior tempo de presa inicial (452,7 min) ($p < .05$) e o MTA Fillapex, mesmo após sete dias, não apresentou tempo de presa final. A análise de EDX mostrou picos de cálcio (Ca), para o MTA Fillapex e o Sealer Plus BC. O cimento Sealer Plus não mostrou cálcio em sua composição discordando do fabricante. Somente o Sealer Plus BC apresentou semelhança no resultado com o fabricante e o MTA Fillapex não obteve presa final. Além disso, no EDX, alguns materiais também discordaram do fabricante na presença de componentes citados.

Palavras-chave: Propriedades físico-químicas, cimentos obturadores, silicato de cálcio, resina epóxi, endodontia.

ABSTRACT

The aim of this study was to evaluate by energy-dispersive x-ray spectroscopy analysis (EDX) the elemental composition of calcium silicate-based endodontic sealers (Sealer Plus BC and MTA Fillapex) and epoxy resin-based sealers (Sealer Plus and AH Plus) and evaluate setting time of these materials. For EDX, the materials tested were prepared according to the manufacturer's instructions and three standardized pellets of each sealer were made for analysis. The initial and final setting times were measured by evaluating the absence of indentation caused by Gillmore needles (American Society for Testing and Materials specification ASTM C266-08 2008). ANOVA and Tuckey's *post hoc* tests were used for setting time statistical analysis ($p < .05$) and, for the EDX, chemical composition of each material was described. AH Plus presented the highest initial setting time (452.7 min) ($p < .05$) and MTA Fillapex, even after seven days, did not present final setting time. EDX analysis showed calcium (Ca) peaks for MTA Fillapex and Sealer Plus BC. Sealer Plus showed no calcium on its composition disagreeing with the manufacturer. Only Sealer Plus BC showed similarity in the result with the manufacturer and MTA Fillapex did not obtain final setting. In addition, in EDX, some materials also disagreed with the manufacturer in the presence of cited components.

Keywords: Physicochemical properties, endodontic root canal sealers, calcium silicate, epoxy resin, endodontics.

SUMÁRIO

1 ANTECEDENTES E JUSTIFICATIVA	7
2 OBJETIVOS	11
3 ARTIGO.....	12
4 CONSIDERAÇÕES FINAIS	24
REFERÊNCIAS.....	25
ANEXOS	30

1 ANTECEDENTES E JUSTIFICATIVA

O sucesso do tratamento endodôntico depende da limpeza, modelagem e obturação do canal radicular (HARGREAVES; COHEN, 2011). Na obturação, cimentos são associados à guta-percha para que atuem como agentes ligantes entre o material sólido e a dentina do canal radicular (MICHAUD et al., 2008; PRULLAGE et al., 2016), fazendo com que haja selamento da região do forame apical e, o preenchimento das irregularidades e das variações presentes no sistema de canais radiculares (ØRSTAVIK, 2005; VERSIANI et al., 2006; RESENDE et al., 2009). Essas variações, por sua vez, apresentam-se como áreas de difícil acesso, como deltas apicais, canais acessórios, ramificações e espaços em que a guta-percha é incapaz de alcançar, reforçando assim, a importância desempenhada pelo cimento obturador (KONTAKIOTIS; TZANETAKIS; LOIZIDES, 2007).

Pode-se dividir os cimentos em categorias a partir da base de sua composição principal e, os disponíveis no mercado, são classificados de acordo com a sua composição química, sendo eles: cimentos à base de óxido de zinco e eugenol, os que contêm hidróxido de cálcio, à base de ionômero de vidro, à base de resina metacrilato, à base de resina epóxi e à base de silicato de cálcio (AL-HADDAD, 2016).

Para serem comercializados, cimentos endodônticos deveriam apresentar requisitos físico-químicos e biológicos estabelecidos pela *International Organization for Standardization* (ISO) ou pela *American National Standard/American Dental Association* (ANSI/ADA). Apesar de existir grande variedade de cimentos obturadores, nenhum material ainda cumpriu todos os requisitos exigidos (CARVALHO-JUNIOR et al., 2003; VERSIANI et al., 2006).

Segundo DE-DEUS et al. 2009, um cimento deve apresentar adequadas propriedades físico-químicas e, concomitantemente, ser biocompatível, pois ele entra em contato direto com o tecido periapical e/ou tecidos perirradiculares através do forame e delta apical (ØRSTAVIK, 2005).

Além disso, o cimento obturador deve ser bacteriostático, dimensionalmente estável, prover selamento lateral e apical, ser radiopaco e passível de remoção, ter bom escoamento, não manchar a estrutura dentária e

ser insolúvel aos fluidos teciduais (GROSSMAN, 1976; FOROUGH et al., 2014).

Assim, diversos testes *in vitro* e *in vivo*, se fazem necessários anteriormente ao uso em humanos (LOVE, 2003). Dentre as propriedades físico-químicas desejadas, a radiopacidade, a espessura de película escoamento e pH.

O tempo de presa de um cimento é um parâmetro a ser considerado, pois, a partir dele, é possível calcular o intervalo de tempo disponível para a obturação dos canais radiculares. Essa propriedade pode sofrer interferência de fatores como temperatura, relação entre pó e líquido, granulometria, meio ambiente e pH. Esse tempo não deve ser longo para não haver a deterioração do cimento, favorecendo a penetração de agentes irritantes e a liberação de possíveis subprodutos tóxicos, e não deve ser curto, para que o tratamento endodôntico seja finalizado adequadamente (ALLAN; WALTON; SHAFFER, 2001).

Materiais que pleiteiam melhores desempenhos físico-químicos e biológicos são continuamente apresentados. Dentre eles, novos cimentos a base de resina epóxi e a base de silicato de cálcio têm sido propostos.

O cimento AH Plus (Dentsply, DeTrey GmbH, Konstanz, Alemanha), é um cimento à base de resina epóxi formado da mistura de uma pasta base e pasta catalisadora. A pasta base é composta por bisphenol A, óxido de ferro, sílica, óxido de zircônia e tungstato de cálcio. A pasta catalisadora é composta de Dibenzil-5-oxanonane-diamina-1,9 e amina adamantada (LEE et al., 2017). Ele é considerado “padrão-ouro” e utilizado com frequência como material de comparação na pesquisa endodôntica (SILVA et al., 2017), devido às boas propriedades físico-químicas, antimicrobianas e biológicas (DE ALMEIDA; LEONARDO; TANOMARU-FILHO, 2000; ZHOU et al., 2013; LEONARDO et al., 1999; SALEH et al., 2004). Apesar de ser considerado padrão-ouro, na presença de umidade, esse cimento não se veda eficientemente (ROGGENDORF et al., 2007), não possui propriedades bioativas e tampouco possui potencial osteogênico (KIM et al., 2013; BORGES et al., 2012).

O cimento Sealer Plus (MKLife - Medical and Dental Products, Brasil), lançado no mercado recentemente, é também um cimento à base de resina epóxi e segundo o fabricante, possui uma viscosidade satisfatória, que penetra

e sela os canais laterais e baixa contração após a presa evitando espaços entre o cimento e a parede do canal. É composto a partir da mistura de duas pastas, a pasta base contém: Bisfenol A-coepiclorohidrina, Bisfenol F resina epóxi, óxido de zircônia, silicone e siloxanos, óxido de ferro e hidróxido de cálcio. A pasta catalisadora contém: hexametiletenotetramina, óxido de zircônio, silicone e siloxanos, hidróxido de cálcio e tungstato de cálcio.

Segundo Vertuan et al. (2018), o Sealer Plus apresenta propriedades de acordo com a ANSI / ADA (nº 57) e ISO 6876, sendo elas, solubilidade, radiopacidade e pH. Cintra e colaboradores (2017), compararam a citotoxicidade e a biocompatibilidade do cimento Sealer Plus com o AH Plus, Endofill e SimpliSeal e obtiveram resultados favoráveis ao Sealer Plus. Esse promoveu maior viabilidade celular em fibroblastos para quase todos os períodos e diluições analisados. Além disso, apresentou maior compatibilidade biológica em tecido subcutâneo de ratos.

Cimentos biocerâmicos ou a base de silicato de cálcio geram a expectativa de ser uma alternativa eficaz na obturação dos canais radiculares por apresentarem biocompatibilidade e bioatividade, manterem o pH elevado durante o uso e apresentarem capacidade de selamento (PATIL et al., 2017). Este resultado é atribuído à presença de fosfato de cálcio que estimula o processo osteogênico, formando hidróxido de cálcio durante a sua reação de hidratação, que por sua vez, é capaz de interagir com as células do tecido resultando na formação de cristais de hidroxiapatita e carbonatoapatita, caracterizando também sua bioatividade (PRATTI; GANDOLFI, 2015; COSTA et al., 2016). Segundo estudo *in vitro* de BAE et al. (2010), cimentos biocerâmicos tem o potencial de promover a regeneração óssea quando são involuntariamente extruídos através do forame apical durante a obturação do canal radicular ou reparação das perfurações radiculares.

O MTA Fillapex® (Angelus, Londrina, Parana) é um cimento obturador composto de silicato de cálcio e resina salicilato. É apresentado na forma pasta/pasta sendo composto de resina de salicilato, resina natural, tungstato de cálcio, nanopartículas de sílica e pigmentos, além do silicato de cálcio. Ferreira et al. (2013) demonstraram que este cimento dispõe de propriedades físico-químicas adequadas, como radiopacidade, escoamento satisfatórios e o pH alcalino. Contudo, Faraoni et al. (2013) mostraram que o MTA Fillapex

apresentou tempo de presa inicial maior do que o descrito pelo fabricante. Resultados relacionados à resposta biológica do MTA Fillapex são conflitantes. Quando recém misturado, este material apresentou alta citotoxicidade e genotoxicidade (BIN et al., 2012). Quando este cimento foi implantado em tecido subcutâneo de ratos, permaneceu tóxico mesmo após 90 dias (ZMENER et al., 2012).

Silva, Santos e Zaia (2013) verificaram que o MTA Fillapex apresentou um efeito citotóxico grave nas células de fibroblastos no período imediato. Além disso, esse efeito não diminuiu com o tempo. O nível de citotoxicidade permaneceu moderado mesmo cinco semanas após a mistura. Todavia, SALLES et al. (2012) observaram que, apesar de apresentar efeitos tóxicos iniciais, a citotoxicidade do MTA Fillapex diminuiu e o cimento apresentou bioatividade adequada estimulando locais de nucleação para a formação de cristais de apatita em cultura de células de osteoblastos humanos.

A procura por um material ideal é constante e motiva o estudo das propriedades dos materiais já existentes e a pesquisa pelo desenvolvimento de novos. A MKLife - Medical and Dental Products lançou o cimento biocerâmico Sealer Plus BC que contém silicato de cálcio, óxido de zircônio, hidróxido de cálcio e propileno glicol. Consiste em uma mistura pronta em pasta que exige a presença de umidade para tomar presa. Ainda não existem estudos na literatura que avaliem algumas propriedades físico-químicas do cimento Sealer Plus BC justificando o objetivo desse estudo.

2 OBJETIVOS

O presente estudo tem como objetivos analisar através de espectroscopia de dispersão de energia por raios-X (EDX) a composição de cada cimento na sua superfície e avaliar o tempo de presa inicial e final dos cimentos endodônticos à base de resina epóxi, AH Plus e Sealer Plus, e a base de silicato de cálcio, MTA Fillapex e Sealer Plus BC.

3 ARTIGO

**Energy-dispersive X-ray spectroscopy analysis and setting time
evaluation of calcium silicate-based and epoxy resin-based root canal
sealers.**

Gabriela Cardoso Ferreira

Lucas Siqueira Pinheiro

Patrícia Maria Polli Kopper

Fabiana Soares Grecca

ABSTRACT

INTRODUCTION: The aim of this study was to evaluate by energy-dispersive x-ray spectroscopy analysis (EDX) the elemental composition of calcium silicate-based endodontic sealers (Sealer Plus BC and MTA Fillapex) and epoxy resin-based sealers (Sealer Plus and AH Plus) and evaluate setting time of these materials.

METHODS: For EDX, the materials tested were prepared according to the manufacturer's instructions and three standardized pellets of each sealer were made for analysis. The initial and final setting times were measured by evaluating the absence of indentation caused by Gillmore needles (American Society for Testing and Materials specification ASTM C266-08 2008). ANOVA and Tuckey's *post hoc* tests were used for setting time statistical analysis ($p < .05$) and, for the EDX, chemical composition of each material was described.

RESULTS: AH Plus presented the highest initial setting time (452.7 min) ($p < .05$) and MTA Fillapex, even after seven days, did not present final setting time. EDX analysis showed calcium (Ca) peaks for MTA Fillapex and Sealer Plus BC. Sealer Plus showed no calcium on its composition disagreeing with the manufacturer.

CONCLUSIONS: Although there was no standardization of setting time, only Sealer Plus BC showed similarity in the result with the manufacturer and MTA Fillapex did not obtain final setting. In addition, in EDX, some materials also disagreed with the manufacturer in the presence of cited components.

Keywords: Physicochemical properties, root canal filling material, calcium silicate, resin epoxy, endodontics.

INTRODUCTION

The main objectives of root canal obturation are three-dimensional and hermetic sealing. As a result of the gutta percha does not adhere to the walls of the root canal, the association of an endodontic sealer is necessary to avoid apical microleakage (1). Taken together, biocompatibility, dimensional stability, radiopacity, flow, low solubility are also characteristics that an ideal endodontic sealer should present (2, 3).

Standardized assessment requirements and tests should be needed to determine the physical and chemical properties of an endodontic sealer, as defined by the International Organization for Standardization (ISO) 6876:2012 (4) and the American Society for Testing and Materials ASTM C266-08 (2008) (5). Currently, AH Plus (Dentsply, York, PA, USA), an epoxy resin material filling is considered the gold standard root canal sealer for comparison purposes due to its excellent physicochemical properties (6-11).

A new resin epoxy based sealer, Sealer Plus (MK Life - Medical and Dental Products, Porto Alegre, RS, Brazil) presents calcium hydroxide in the composition and, according to Vertuan et al. (12) showed radiopacity, flow, solubility in accordance with ANSI/ADA No. 57 (13) and ISO 6876:2012 (4).

Aiming combines physicochemical properties of a root canal sealer and the biocompatibility/bioactivity of Mineral Trioxide Aggregate (MTA), calcium silicate-based sealers have been proposed (14). MTA Fillapex (Angelus, Londrina, PR, Brazil) is a sealer composed of MTA, salicylate resin, natural resin, calcium tungstate and silica. Studies demonstrated suitable physicochemical properties, such as adequate radiopacity, flow, working and setting times, solubility, and alkaline pH (14,15).

Sealer Plus BC (MKLife - Medical and Dental Products, Porto Alegre, RS, Brazil) is a bioceramic material which presents zirconium oxide, tri-calcium silicate, di-calcium silicate, calcium hydroxide, and propylene glycol in its

composition. This type of material promises, from their expected properties high pH value and appropriate solubility, and also a bioactivity potential.

So, this sealer is quite new, and only one study in the literature has analysed its properties (16), in which EDX analysis is not included. Thus, the aim of this study was to evaluate setting time property and EDX analysis of this new calcium silicate-based sealer in comparison with AH Plus, Sealer Plus, MTA Fillapex.

MATERIALS AND METHODS

1. Tested materials

Two epoxy resin (AH Plus and Sealer Plus) and two calcium silicate (Sealer Plus BC and MTA Fillapex) based sealers were included. Chemical composition of the tested materials are shown in Table 1.

Table 1. Chemical composition and manufacturer of the tested endodontic sealers.

SEALER/ALLOTMENT	MANUFACTURER	CONTENTS
AH Plus 350680K	Dentsply, York, PA, USA	Paste A: Bisphenol epoxy resin–A, Bisphenol epoxy resin–F, calcium tungstate, zirconium oxide, silica, iron oxide pigments. Paste B: Dibenzyl diamine, aminodiamantana, tricyclodecane–diamine, calcium tungstate, zirconium oxide, silica, silicone oil.
Sealer Plus PS170330010410	MK Life, Porto Alegre, RS, Brazil	Basic Paste: Bisphenol A-co-epichlorohydrin, Bisphenol F epoxy resin (formaldehyde, oligomeric product with 1-chloro-2,3-epoxypropanol and phenol); zirconium oxide, silicone and siloxanes, iron oxide (pigment), calcium hydroxide. Catalyzer Paste: Hexamethylenetetramine, zirconium oxide, silicone and siloxanes, calcium hydroxide, calcium tungstate.
MTA Fillapex 43663	Angelus, Londrina, PR, Brazil	Base Paste: Salicylate resin, natural resin, calcium tungstate, nanoparticulated silica, pigments; Catalyst Paste: diluting resin, Mineral Trioxide Aggregate, nanoparticulated silica, pigments;
Sealer Plus BC WR770100	MK Life, Porto Alegre, RS, Brazil	Zirconium oxide, tri-calcium silicate, di-calcium silicate, calcium hydroxide, propylene glycol.

2. Tests

Setting time analysis

The sealers were prepared in accordance with the manufacturers' instructions. The setting time test was performed according to the C266-08 specification of the American Society for Testing and Materials (5). Briefly, silicone ring molds with an inner diameter of 10 mm and a height of 2 mm were used. The molds were placed on the glass plate, and then the materials were mixed for 120 seconds, except Sealer Plus BC, and inserted into the molds (n=3). The whole assembly was then maintained to an incubator (37°C, > 95% relative humidity) during the experimental period. A Gilmore needle with a weight of 100 g and an active tip of 2.0 mm diameter was used. The needle was lowered vertically onto the horizontal surface of the sealer, and the setting time was identified as the point when the indenter needle failed to make an indentation. The materials were tested every 10 minutes or every hour, depending on the setting time stated by the manufacturers. The needle tip was cleaned before each test. The time from the start of mixing until the sealer was set was taken as the initial setting time. The evaluation of the final setting time began immediately after the initial setting time was defined. At this point, a 456g Gilmore needle with a 1.0mm active tip was vertically positioned on the sealer surface. The same interval of time repetitions was used.

Energy-dispersive X-ray spectroscopy analysis (EDX)

EDX analysis was performed in 3 samples of each sealer (n=3). Samples presenting 10mm in diameter and 2mm thickness were previously prepared according to the manufacturers' instructions. After final setting time, the samples were fixed on a metallic stub and sputter-coated with carbon. A Zeiss-Auriga electronic microscope (Zeiss, Oberkochen, Germany) equipped with a secondary electron detector model X-ACT (EDX; Oxford INCA 350 EDS; Oxford Diffraction, Abingdon, UK) with an acceleration voltage of 15kV and

exposed in a high vacuum (10⁻⁵ mbar) was used to determine the elemental composition of the sealers. EDX by analytic area (0.01 mm²) of the surfaces was carried out of each sample.

Statistical analysis

One-way ANOVA and post hoc Tukey's test was performed to setting time. A significance level was of 5% (GraphPad Software, San Diego, CA, USA). For EDX, the chemical composition of each sealer was described.

RESULTS

The results obtained are presented in the form of tables and graphics.

Table 2. *Setting Time:*

SEALER	INICIAL SETTING TIME (minutes)	FINAL SETTING TIME (minutes)
AH PLUS	452.7 ^a (± 14.87)	864.0 ^a (± 15.26)
SEALER PLUS	120.7 ^b (± 6.28)	212.3 ^b (± 7.81)
MTA FILLAPEX	365.7 ^c (± 11.54)	No final setting time
SEALER PLUS BC	240.0 ^d (± 13.42)	368.0 ^c (± 12.1)

*Different letters represent statistical difference among materials in the same column (p≤.05).

All materials tested obtained difference among them in initial and final setting time analysis (p < .05). AH Plus sealer revealed the higher initial setting time (p < .05). MTA Fillapex, after seven days, did not presented final setting time (Table 2).

Energy-dispersive X-ray spectroscopy Analysis (EDX)

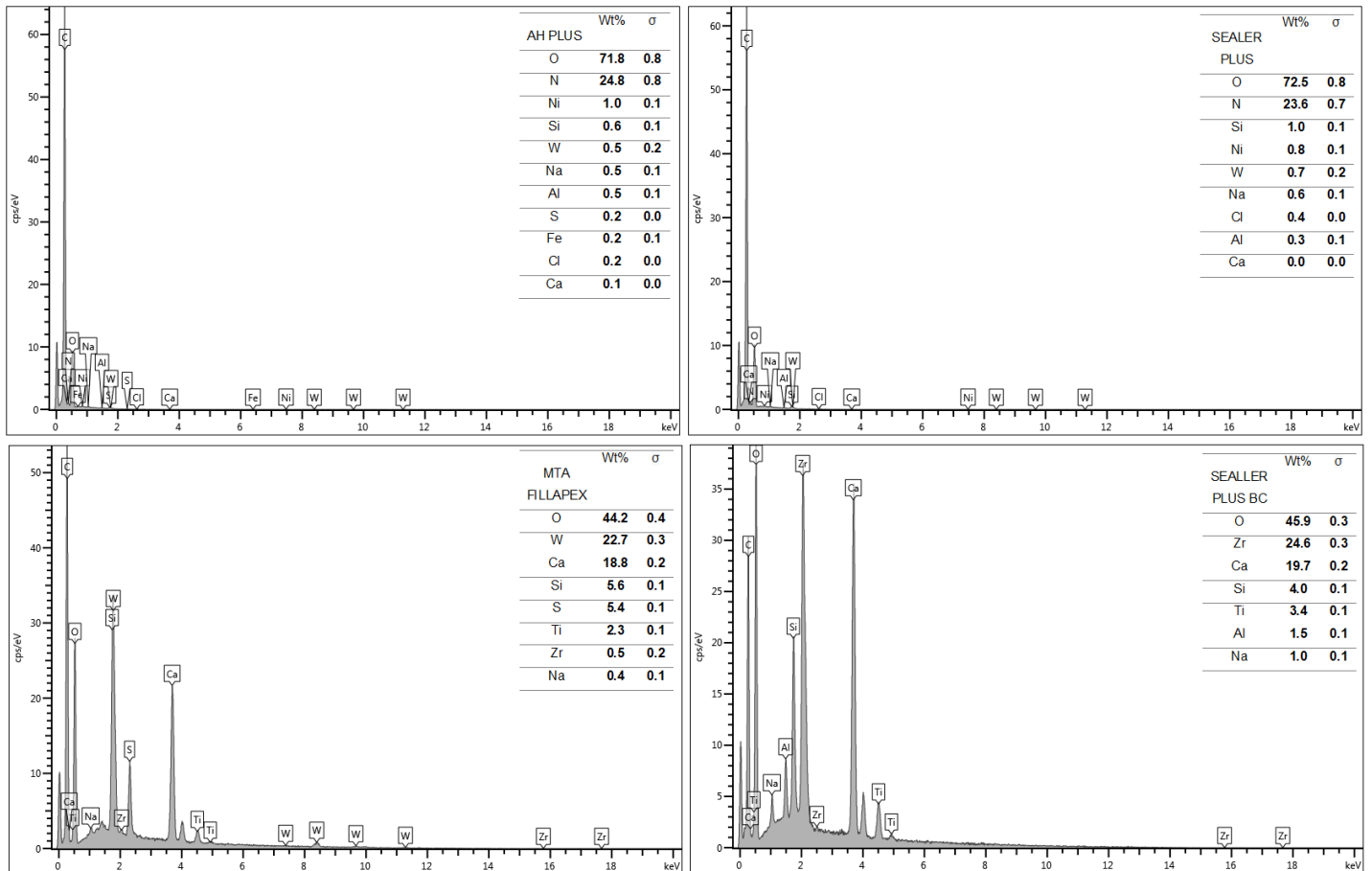


Figure 1: EDX spectra and elemental microanalysis demonstrating the sealers chemical elements' composition and quantification.

EDX analysis revealed peaks of calcium (Ca), 18.08% wt and 19.7% wt, for MTA Fillapex (from calcium tungstate, tri-calcium silicate, di-calcium silicate, calcium hydroxide) and Sealer Plus BC (from tri-calcium silicate, di-calcium silicate, calcium hydroxide), respectively. No traces of Ca (from calcium hydroxide and calcium tungstate) were found in Sealer Plus surface. Silicon (Si) was detected in all materials. Zr (zirconia) was detected in Sealer Plus BC from the zirconium oxide and W (tungsten) was found in MTA Fillapex, AH Plus and Sealer Plus from calcium tungstate, both are radiopacifiers.

DISCUSSION

Materials that claim the best physicochemical and biological performances are continuously introduced. It is, therefore, necessary to investigate the new materials available. In this study, were tested two epoxy resin-based sealers (AH Plus and Sealer Plus) and two calcium silicate-based sealers (MTA Fillapex and Sealer Plus BC). Few reports are available about the physicochemical properties of Sealer Plus and Sealer Plus BC (12, 16). The procedures were performed as outlined in ASTM C266-03 (5) specifications.

An important factor from the clinical point of view is setting time property. Setting time of an ideal root canal sealer should permit adequate working time, allowing the clinician to fill, evaluate and make necessary corrections during obturation process (17). No standard for the setting time of endodontic sealers exists according to ISO 6876 (4). However, it cannot be too slow because a long setting time may cause irritation with periapical tissues affecting biocompatibility (3, 15, 18). Material composition, particle size, temperature and relative humidity are important variables that interfere with the sealers setting time (19).

Endodontic therapies have benefited from tricalcium silicate endodontic sealers. Sealer Plus BC is a hydrophilic material and requires water to set unlike others tested sealers herein. For this property, the difference among all sealers tested was significant ($p \leq .05$) and it was not in agreement with the values stated by the manufacturers, excepted Sealer Plus BC. Final setting time values in increasing order were Sealer Plus < Sealer Plus BC < AH Plus < MTA Fillapex. MTA Fillapex was not set after seven days, and this result was similar to Lee et al. (20). Nevertheless, several reports have shown set this sealer (19, 22, 23). This discrepancy could be explained by different methods, some studies used only the 100g needle to determine setting time.

Energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDX) is a technique to reveal which elements are present in a specific sample. EDX analysis consists of detecting the characteristic X-rays produced by each element after bombarding

a sample with high-energy electrons in an electron microscope. What makes EDX useful is that the number of X-rays emitted by each element present in a sample has a direct relationship to its concentration. This is why it is possible to convert X-ray measurements into a final X-ray spectrum and to evaluate the concentrations of the various chemicals present in a sample (24). Borges et al. (25), compared the AH Plus, iRoot SP, MTA Fillapex, Sealapex and MTA-Angelus and obtained as results the presence of high levels of calcium and carbon on the surface of all tested materials except of the AH Plus and, this result is similar to our study. Sealer Plus showed no calcium peaks, however, according to manufacturer there is presence of calcium hydroxide in its composition. This might be explained because the elemental mapping EDX shows the distribution of the elements only on samples' surface.

In EDX analysis, not all chemical elements presented in radiopacifiers were detected. Zirconia, from zirconium oxide, was detected in Sealer Plus BC and tungsten, from calcium tungstate, was found in MTA Fillapex, AH Plus and Sealer Plus. However, no zirconia (zirconium oxide) peaks appeared on Sealer Plus and the manufacturer reports the use of this radiopacifier. On the other hand, MTA Fillapex showed zirconia peaks, and this is not a reported radiopacifier.

Based on the present results, calcium was found on the surfaces of Sealer Plus BC and MTA Fillapex by EDX analysis. Most of the chemical elements cited by the manufacturers were present in the sealers, except in Sealer Plus that there was no calcium or zirconia, both cited by the manufacturer. Sealer Plus BC presented all components mentioned. MTA Fillapex surface presented zirconia, which is not mentioned by the manufacturer in its formula.

ACKNOWLEDGMENT

This study was financed in part by the Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) - Finance Code 001.

The authors deny any conflicts of interest related to this study.

REFERENCES

1. Lee KW, Williams MC, Camps JJ, et al. Adhesion of endodontic sealers to dentin and gutta-percha. *J Endod.* 2002;28:684–8.
2. Orstavik D. Materials used for root canal obturation: technical, biological and clinical testing. *Endodontic Topics.* 2005;12:25–38.
3. Grossman LI. Physical properties of root canal cements. *J Endod.* 1976;2:166-75.
4. International Organization for Standardization. *ISO 6876: Dental Root Canal Sealing Materials.* Geneva, Switzerland: International Organization for Standardization; 2012.
5. American Society for Testing and Materials. *ASTM C266-08. Standard Test Method for Time and Setting of Hydraulic-Cement Paste by Gillmore Needles.* Philadelphia, USA: American Society for Testing and Materials; 2008.
6. Akcay M, Arslan H, Durmus N, et al. Dentinal tubule penetration of AH Plus, iRoot SP, MTA fillapex, and guttaflow bioseal root canal sealers after different final irrigation procedures: a confocal microscopic study. *Lasers Surg Med.* 2016;48:70-76.
7. Borges AH, Orcati Dorileo MC, Dalla Villa R, et al. Physicochemical properties and surfaces morphologies evaluation of MTA FillApex and AH plus. *Sci World J.* 2014; 589732.
8. Garrido AD, Lia RC, Franca SC, et al. Laboratory evaluation of the physicochemical properties of a new root canal sealer based on Copaifera multijuga oil-resin. *Int Endod J.* 2010; 43:283-91.
9. Marciano MA, Guimaraes BM, Ordinola-Zapata R, et al. Physical properties and interfacial adaptation of three epoxy resin-based sealers. *J Endod.* 2011;37:1417-21.

10. Marin-Bauza GA, Rached-Junior FJ, Souza-Gabriel AE, et al. Physicochemical properties of methacrylate resin-based root canal sealers. *J Endod.* 2010; 36:1531-36.
11. Silva Almeida LH, Moraes RR, Morgental RD, et al. Are premixed calcium silicate-based endodontic sealers comparable to conventional materials? A systematic review of *in vitro* studies. *J Endod.* 2017;43:527-35.
12. Vertuan GC, Duarte MAH, Moraes IG, et al. Evaluation of Physicochemical Properties of a New Root Canal Sealer. *J Endod.* 2018;44(3):501-5.
13. American National Standards/American Dental Association. *Specification no. 57 for Endodontic Sealing Materials.* Chicago, IL: American National Standards/American Dental Association; 2000.
14. Silva EJ, Rosa TP, Herrera DR, et al. Evaluation of cytotoxicity and physicochemical properties of calcium silicate-based endodontic sealer MTA Fillapex. *J Endod* 2013;39:274–7.
15. Vitti RP, Prati C, Sinhorette MA, et al. Chemical-physical properties of experimental root canal sealers based on butyl ethylene glycol disalicylate and MTA. *Dent Mater.* 2013;29(12):1287–94.
16. Mendes AT, Silva PB, Só BB, et al. Evaluation of Physicochemical Properties of New Calcium Silicate-Based Sealer. *Braz Dent J.* 2018;29(6):536-40.
17. Allan NA, Walton RC, Schaeffer MA. Setting times for endodontic sealers under clinical usage and *in vitro* conditions. *J Endod.* 2001;27:421–23.
18. Loushine BA, Bryan TE, Looney SW, et al. Setting properties and cytotoxicity evaluation of a premixed bioceramic root canal sealer. *J Endod.* 2011;37(5):673–77.
19. Versiani M, Carvalho-Junior J, Padilha M, et al. A comparative study of physicochemical properties of AH Plus and Epiphany root canal sealants. *Int Endod J.* 2006;39(6):464-71.
20. Lee JK, Kwak SW, Ha JH, et al. Physicochemical Properties of Epoxy Resin-Based and Bioceramic-Based Root Canal Sealers. *Bioinorg Chem Appl.* 2017;2017:2582849.

21. Zhou H, Shen Y, Zheng W, et al. Physical Properties of 5 root canal sealers. *J Endod.* 2013;39:1281-6.
22. Amoroso-Silva PA, Guimarães BM, Marciano MA, et al. Microscopic Analysis of the Quality of Obturation and Physical Properties of MTA Fillapex. *Microsc Res Tech.* 2014;77(12):1031-6.
23. Viapiana R, Flumignan DL, Guerreiro-Tanomaru JM, J. et al. Physicochemical and mechanical properties of zirconium oxide and niobium oxide modified Portland cement-based experimental endodontic sealers, *Int Endod J.* 2014;47(5):437–48.
24. Wiley J, Sons. *Energy Dispersive Spectroscopy.* The Atrium, Southern Gate, Chichester, West Sussex; 2014.
25. Borges AH, Pedro FL, Semanoff-Segundo A. et al. Radiopacity evaluation of Portland and MTA-based cements by digital radiographic system. *J Appl Oral Sci.* 2011;19:228-32.

4 CONSIDERAÇÕES FINAIS

Adequadas propriedades físico-químicas e biológicas são requeridas quando do lançamento de um cimento obturador em Endodontia. Atualmente, esforços estão sendo despendidos no estudo e comercialização de cimentos a base de silicato de cálcio, por estes apresentarem características de bioatividade, ou seja, são capazes de interagir com as células do tecido promovendo o selamento biológico através da deposição de tecido mineralizado, sem, no entanto, esquecer das características físico-químicas. Este trabalho objetivou a avaliação de uma propriedade físico-químicas (tempo de presa) e uma análise qualitativa de composição elementar (EDX) do cimento Sealer Plus BC, um novo cimento obturador a base de silicato de cálcio.

No Artigo, esses testes realizados com o Sealer Plus BC foram avaliados comparando aos cimentos já existentes a base de resina epóxi (AH Plus e Sealer Plus) e a base de silicato de cálcio (MTA Fillapex).

Para a metodologia, foi realizado teste de acordo com as normas pré-estabelecidas pela ASTM, a qual determina requisitos mínimos para que os materiais sejam aprovados para uso. Além disso, foi determinada a composição elementar da superfície dos cimentos através de espectroscopia de energia dispersiva (EDX), com a finalidade de comparação com o fornecido pelo fabricante. O cimento Sealer Plus BC apresentou cálcio no EDX, além de todos componentes citados na fórmula dada pelo fabricante, além disso também apresentou tempo de presa semelhante ao fabricante e de acordo com a ASTM. Os outros materiais estudados estavam de acordo com as normas, exceto o cimento MTA Fillapex, o qual não mostrou tempo de presa final adequado.

Por fim, conclui-se que o cimento Sealer Plus BC obteve resultados satisfatórios em ambas análises.

REFERÊNCIAS

AKCAY, M.; *et al.* Dentinal tubule penetration of AH Plus, iRoot SP, MTA fillapex, and guttaflow bioseal root canal sealers after different final irrigation procedures: a confocal microscopic study. **Lasers Surg Med**, v. 48, p. 70-76, jan, 2016.

ALLAN, N.A.; WALTON, R.E.; SHAFFER. M. Setting time for endodontic sealers under clinical usage and in vitro conditions. **J Endod**, v. 27, n. 6, p. 421-423, jun, 2001.

AL-HADDAD A.; CHE AB AZIZ Z. A. Bioceramic-Based Root Canal Sealers: A Review. **Int J Biomater**, v. 2016, p. 1-10, mai, 2016.

American National Standards/American Dental Association, Endodontic Sealing Material, ANSI/ADA Specification no. 57, American National Standards/American Dental Association, Chicago, Ill, USA, 2000.

American Society for Testing and Materials. *ASTM C266-08. Standard Test Method for Time and Setting of Hydraulic-Cement Paste by Gillmore Needles*. Philadelphia, USA: American Society for Testing and Materials; 2008.

AMOROSO-SILVA, P. A.; *et al.* Microscopic Analysis of the Quality of Obturation and Physical Properties of MTA Fillapex. **Microsc Res Tech**, v. 77, n. 12, p. 1031-1036, dez, 2014.

BAE, W. J.; *et al.* Human periodontal ligament cell response to a newly developed calcium phosphate-based root canal sealer. **J Endod**, v.36, n.10, p.1658-1663, out, 2010.

BIN, C.V.; *et al.* Cytotoxicity and genotoxicity of root canal sealers based on mineral trioxide aggregate. **J Endod**, v.38, p.495–500, abr, 2012.

BORGES, R. P.; *et al.* Changes in the surface of four calcium silicate-containing endodontic materials and an epoxy resin-based sealer after a solubility test. **Int Endod J**, v.45, p.419-428, 2012.

BORGES, A. H.; *et al.* Physicochemical properties and surfaces morphologies evaluation of MTA FillApex and AH plus. **Sci World J**, mai, 2014.

CARVALHO-JUNIOR, J. R.; *et al.* Evaluation of solubility, disintegration, and dimensional alterations of a glass ionomer root canal sealer. **Braz Dent J**, v. 14, n. 2, p. 114–118, 2003.

CINTRA, L. T.; *et al.* Evaluation of the Cytotoxicity and Biocompatibility of New Resin Epoxy–based Endodontic Sealer Containing Calcium Hydroxide. **J Endod**, v.43, n.12, p.2088-2092, 2017.

COSTA, F.; SOUSA, P. G.; FERNANDES, M. H. Osteogenic and angiogenic response to calcium silicate-based endodontic sealers. **J Endod**, v. 42, n. 1, p. 113-119, jan, 2016.

DE ALMEIDA, W. A.; et al. Evaluation of apical sealing of three endodontic sealers. **Int Endod J**, v.33, p. 25–27, 2000.

FERREIRA, M. M.; et al. Comparison of the apical seal on filled root canals with Topseal vs MTA Fillapex sealers: A quantitative scintigraphic analysis. **Open Journal of Stomatology**, v.3, p.128-132, 2013.

FOROUGH REYHANI, M.; et al. Push-Out Bond Strength of Dorifill, Epiphany and MTA-Fillapex Sealers to Root Canal Dentin with and without Smear Layer. **Iran Endod J**, v. 9, n. 4, p. 246-50, 2014.

GARRIDO, A. D.; *et al.* Laboratory evaluation of the physicochemical properties of a new root canal sealer based on Copaifera multijuga oil-resin. **Int Endod J**, v. 43, p 283-291, 2010.

GROSSMAN, L. I. Physical Properties of Root Canal Cements. **J Endod**, v. 2, n. 6, p. 166-175, 1976.

HARGREAVES K. M.; COHEN S. Caminhos da Polpa, 10. ed. Rio de Janeiro: Editora Elsevier, 2011.

HAUMAN, C. H.; LOVE, R. M. Biocompatibility of dental materials used in contemporary endodontic therapy: a review. Part 2. Root-canal-filling materials. **Int Endod J**. v.36, n.3, p. 147-160, 2003.

International Organization for Standardization ISO 6876. Dentistry — Root Canal Sealing Materials. London, UK: British Standards Institution, 2012

KIM, T, G.; LEE, Y, H.; LEE, N, H.; BHATTARAI, G.; LEE, K.; YUN, B.; YI, K. The antioxidant property of pachymic acid improves bone disturbance against AH plus induced inflammation in MC-3T3 E1 cells. **J Endod**, v.39, n.4, p.461-466, 2013.

KONTAKIOTIS E. G.; TZANETAKIS G. N.; LOIZIDES A. L. A comparative study of contact angles of four different root canal sealers. **J Endod**, v.33, p.299–302, 2007.

LEE, J, K.; et al. Physicochemical properties of epoxy resin-based and bioceramic-based root canal sealers. **Bioinorganic Chemistry and Applications**, v. 2017, p.1-8, 2017.

LEE, K. W.; et al. Adhesion of endodontic sealers to dentin and gutta-percha. **J Endod**, v. 28, p. 684–688, 2002.

LEONARDO, M. R.; et al. Tissue response to an epoxy resinbased root canal sealer. **Endod Dent Traumatol**, v.15, p.28–32, 1999.

LOUSHINE, B. A.; et al. Setting properties and cytotoxicity evaluation of a premixed bioceramic root canal sealer. **J Endod**, v.37, n.5, p.673– 677, 2011.

MARCIANO, M.A.; *et al.* Physical properties and interfacial adaptation of three epoxy resin-based sealers. **J Endod**, v. 37, p. 1417-1421, 2011.

MARIN-BAUZA, G. A.; *et al.* Physicochemical properties of methacrylate resin-based root canal sealers. **J Endod**, v. 36, p. 1531-1536, 2010.

MENDES, A. T.; et al. Evaluation of Physicochemical Properties of New Calcium Silicate-Based Sealer. **Braz Dent J**, v. 29, n. 6, p. 536-540, dec. 2018.

MICHAUD, R, A.; BURGESS, J.; BARFIELD, R, D.; CAKIR, D.; MCNEAL, S, R.; ELEAZER, P, D. Volumetric expansion of gutta-percha in contact with eugenol. **J Endod**, v.34, n.12, p.1528-1532, 2008.

ØRSTAVIK, D. Materials used for root canal obturation: technical, biological and clinical testing. **Endodontic Topics**, v. 12, p. 25–38, 2005.

ØRSTAVIK, D. Seating of gutta-percha points: effect of sealers with varying film thickness. **J Endod**, v.8, n.5, p. 213-218, 1982.

PRATI, C.; GANDOLFI, M.G. Calcium silicate bioactive cements: Biological perspectives and clinical applications. **Dent Mater**, v. 31, n. 4, p. 351-70, 2015.

PRULLAGE, R.; ZA, K, U.; SCHAFER, E.; DAMMASCHKE, T. Material properties of a tricalcium silicate–containing, a mineral trioxide aggregate–containing, and an epoxy resin–based root canal sealer. **J Endod**, v. 42, n. 12, p.1784-1788, 2016.

RESENDE, L. M.; et al. A comparative study of physicochemical properties of AH Plus, Epiphany, and Epiphany SE root canal sealers. **Int Endod J**, v. 42, p. 785–793, 2009.

ROGGENDORF, M, J.; EBERT, J.; PETSCHERT, A.; FRANKENBERGER, R. Influence of moisture on the apical seal of root canal fillings with five different types of sealer. **J Endod**, v.33, n.1, p.31-33, 2007.

SALEH, I. M.; RUYTER, I.E.; HAAPASALO, M.; et al. Survival of *Enterococcus faecalis* in infected dentinal tubules after root canal filling with different root canal sealers in vitro. **Int Endod J**, v.37, p.193-198, 2004.

SALLES, L. P.; GOMES-CORNELIO, A. L.; GUIMARAES, F. C.; et al. Mineral trioxide aggregate-based endodontic sealer stimulates hydroxyapatite nucleation in human osteoblast-like cell culture. **J Endod**, v.38, p.971-976, 2012.

SILVA, E. J.; PEREZ R.; VALENTIM R. M.; et al. Dissolution, dislocation and dimensional changes of endodontic sealers after a solubility challenge: a micro-CT approach. **Int Endod J**, v. 50, p. 407-414, 2017.

SILVA, L. H. A.; et al. Are premixed calcium silicate-based endodontic sealers comparable to conventional materials? A systematic review of *in vitro* studies. **J Endod**, v. 43, p. 527-535, 2017.

SILVA, E. J.; SANTOS, C. C.; ZAIA, A. A. Long-term cytotoxic effects of contemporary root canal sealers. **J Appl Oral Sci**, v. 21, n. 1, p. 43–47, 2013.

VERSIANI, M. A. et al. A comparative study of physicochemical properties of AH Plus and Epiphany root canal sealants. **Int Endod J**, v. 39, n. 6, p. 464–471, 2006.

VERTUAN, G. C.; et al. Evaluation of Physicochemical Properties of a New Root Canal Sealer. **J Endod**, v. 44, n. 3, p. 501-505, 2018.

VIAPIANA, R.; et al. Physicochemical and mechanical properties of zirconium oxide and niobium oxide modified Portland cement-based experimental endodontic sealers. **Int Endod J**. v. 47, n. 5, p. 437–448, 2014.

VITTI, R. P.; et al. Physical properties of MTA Fillapex sealer. **J Endod**, v. 39, n. 7, p. 915-8, 2013.

WILEY, J. Energy Dispersive Spectroscopy. The Atrium, Southern Gate, Chichester, West Sussex; 2014.

ZHOU, H. M.; et al. Physical Properties of 5 Root Canal Sealers. **J Endod**, v. 39, n. 10, p. 1281-1286, 2013.

ZMENER, O. et al. Reaction of rat subcutaneous connective tissue to a mineral trioxide aggregate-based and a zinc oxide and eugenol sealer. **J Endod**, v. 38, n. 9, p. 1233-8, 2012.

ANEXOS

Sistema Pesquisa - Pesquisador: Fabiana Soares Grecca Vilella			
Caixa de entrada			
Retornar			
Dados Gerais:			
Projeto Nº:	32780	Título:	AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS DO CIMENTO OBTURADOR À BASE DE RESINA EPOXI SEALER PLUS
Área de conhecimento:	Endodontia	Início:	01/06/2017
		Previsão de conclusão:	31/05/2018
Situação:	Projeto em Andamento		
Origem:	Faculdade de Odontologia Programa de Pós-Graduação em Odontologia	Projeto da linha de pesquisa: BIOMATERIAIS E TÉCNICAS TERAPÊUTICAS EM ODONTOLOGIA	
Local de Realização:	não informado		
Não apresenta relação com Patrimônio Genético ou Conhecimento Tradicional Associado.			
Objetivo:	<p>que somado ao dela, totalizando 100 gramas) será colocada sobre o cimento. Dez minutos após a espelulação, a carga será removida, e os diâmetros maior e menor do cimento comprimido serão medidos utilizando um paquímetro digital, e o valor médio será registrado. Será utilizado o teste ANOVA, se os resultados obtidos forem paramétricos, se estes forem não paramétricos, será utilizado o teste de Kruskal-Wallis. O nível de significância será de 95%.</p>		
Palavras Chave:	CIMENTOS ENDOODÔNTICOS, PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICA		
Equipe UFRGS:	<p>Nome: FABIANA SOARES GRECCA VILELLA Coordenador - Início: 01/06/2017 Previsão de término: 31/05/2018</p> <p>Nome: PATRÍCIA MARIA POLI KOPPER MORA Pesquisador - Início: 01/06/2017 Previsão de término: 31/05/2018</p>		
Pessoas registradas mas não confirmadas como membros da equipe UFRGS:	<p>Nome: ALEXANDER POMPERMAYER JARDINE Outra: Aluno de Doutorado - Início: 01/06/2017 Previsão de término: 31/05/2018 Participação aguardando confirmação do pesquisador</p> <p>Nome: Cláudia Daniela Schuster Outra: Aluno de Especialização - Início: 01/06/2017 Previsão de término: 31/05/2018 Participação aguardando confirmação do pesquisador</p> <p>Nome: Lucas Siqueira Pinheiro Outra: Aluno de Doutorado - Início: 01/06/2017 Previsão de término: 31/05/2018 Participação aguardando confirmação do pesquisador</p> <p>Nome: RENATA GRAZZIOTTIN SOARES Pesquisador - Início: 01/06/2017 Previsão de término: 31/05/2018 Participação aguardando confirmação do pesquisador</p>		
Avaliações:	<p>Comissão de Pesquisa de Odontologia - Aprovado em 05/05/2017 Clique aqui para visualizar o parecer</p>		
Anexos:	<p>Projeto Completo Data de Envio: 06/04/2017</p> <p>Concordância de Instituição Data de Envio: 07/04/2017</p> <p>Concordância de Instituição Data de Envio: 07/04/2017</p>		