

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE  
CENTRO DE CIÊNCIAS E TECNOLOGIA  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E  
ENGENHARIA DE MATERIAIS**

**Caracterização da composição, estrutura, morfologia e  
propriedades térmicas de cones de guta-percha**

Eva Maria de Moraes Castanha

Campina Grande  
Dezembro/2008

---

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE  
CENTRO DE CIÊNCIAS E TECNOLOGIA  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E  
ENGENHARIA DE MATERIAIS**

**Caracterização da composição, estrutura, morfologia e  
propriedades térmicas de cones de guta-percha**

**Eva Maria de Moraes Castanha**

Dissertação apresentada ao Programa de  
Pós-Graduação em Ciência e Engenharia  
de Materiais como requisito parcial  
à obtenção do título de MESTRE EM  
CIÊNCIA E ENGENHARIA DE  
MATERIAIS

Orientador: Prof. Dr. Marcus Vinícius Lia Fook

Colaboradora: Ana Carolina Brasil Marcelino Fook

Campina Grande

Dezembro/2008



FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA BIBLIOTECA CENTRAL DA UFCC

C346c

2008 Castanha, Eva Maria de Moraes.

Caracterização da composição, estrutura, morfologia e propriedades térmicas de cones de Guta-Percha / Eva Maria de Moraes Castanha. — Campina Grande, 2008.

57f. : il

Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) – Universidade Federal de Campina Grande, Centro de Ciências e Tecnologia.

Referências.

Orientador: Dr. Marcus Vinicius Lia Fook.

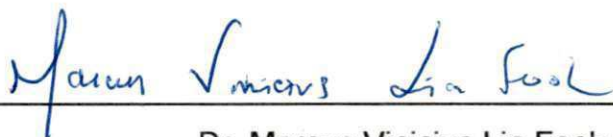
1. Guta-Percha. 2. Endodontia. 3. Material Obturador. I. Título.

CDU 678.481(043)

**CARACTERIZAÇÃO DA COMPOSIÇÃO, ESTRUTURA,  
MORFOLOGIA E PROPRIEDADES TÉRMICAS DE CONES DE GUTA-  
PERCHA.**

**Eva Maria de Moraes Castanha**

Dissertação Aprovada em 15/12/2008 pela banca examinadora constituída dos  
seguintes membros:



---

Dr. Marcus Vinicius Lia Fook

Orientador

UAEMa – UFCG

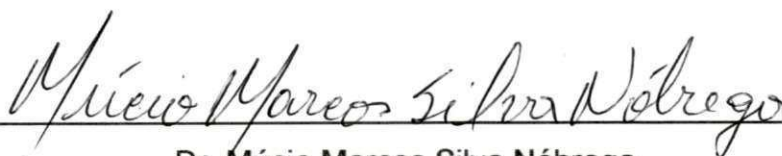


---

Dr<sup>a</sup>. Eliana Cristina da Silva Rigo

Examinadora Externa

USP/Pirassununga



---

Dr. Múcio Marcos Silva Nóbrega

Examinador Externo

UFPA

## DEDICATÓRIA

*Aos meus pais, Joânico de Moraes Castanha (em memória) e Maria de Lourdes Trigueiro de Moraes, pelo exemplo de dignidade, força e perseverança.*

*Aos meus sogros, Dr. Ademar e dona Norma, Sem vocês, acreditem, não teria sido possível. Obrigada.*

*A toda minha família, em especial as minhas irmãs, Aparecida, Lucia, Auxiliadora, Francisca e Rachel, por toda confiança e por todo amor que me dedicam, Obrigada!*

*Aos meus cunhados (irmãos), Lúcio, Deborah e Fábio, pelo carinho apoio e interesse no meu crescimento profissional.*

## DEDICO ESPECIALMENTE

*Ao meu marido, Michael, por seu amor, incentivo e apoio incondicional.*

*Peço perdão pelas ausências e falhas. A você dedico meu amor!*

*Aos meus filhos, Thaynã e Arthur, razão de tudo...A vocês dedico todo meu amor e a minha vida.*

## AGRADECIMENTOS

*À Deus pela presença constante em minha vida, na forma de força e luz!*

*Ao meu orientador: prof. Dr. Marcus Vinícius Lia Fook, pela orientação necessária para realização deste trabalho, pela confiança, pelo incentivo e pelas palavras de apoio durante toda esta caminhada. Minha eterna gratidão!*

*A minha co-orientadora: Ana Carolina Marcelino Brasil Fook, Obrigada por dedicar seu tempo e seus conhecimentos. Obrigada por sua paciência e boa vontade. Hoje compartilhamos desta conquista... Serei sempre grata!*

*Agradeço especialmente a professora Dr<sup>a</sup>. Crislene Rodrigues Silva Morais, pelo apoio, disponibilidade e colaboração. Muito Obrigada.*

*Agradeço a professora Dr<sup>a</sup>. Lucina Rocha Sousa. Pela preciosa colaboração nos momentos difíceis da realização deste trabalho.*

*A minha amiga e colega de profissão Carmem Dolores pela preciosa colaboração. Obrigada amiga!*

*Aos amigos da pós graduação: Vieirinha, Giovanni, Waldênia, Thiago, Rayssa e Amanda pela amizade e partilha.*

*À coordenação de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais da UFCG, na pessoa da coordenadora, Professora Dr<sup>a</sup>. Luciana Fernandes da Gama Vieira.*

*Aos professores do departamento de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais.*

## **Caracterização da composição, estrutura, morfologia e propriedades térmicas de cones de guta-percha**

### **Resumo**

O sucesso do tratamento endodôntico é determinado principalmente por uma obturação hermética e tridimensional do sistema de canais radiculares. Os cones de guta-percha constituem o material comumente usado independente da técnica escolhida, se realizada a frio ou termoplastificada. Porém existe uma variação na composição das marcas comerciais e este fato pode comprometer o sucesso do tratamento já que o mesmo depende fundamentalmente de uma perfeita obturação. O objetivo deste estudo é a caracterização da composição, estrutura morfológica e propriedades térmicas de três marcas comerciais de cones de guta-percha standardizadas e não standardizadas, disponíveis no mercado brasileiro, (Dentsply, Tanari e Endopoints). As técnicas de caracterização usadas foram: DRX, FTIR, FRX e MEV/EDX, O comportamento térmico foi analisado através de DSC e TGA. Através do DRX foi possível identificar a presença de duas fases cristalinas (óxido de zinco do sulfato de bário). Os resultados obtidos das análises por FTIR, revelaram a presença dos picos característicos e bandas referentes ao óxido de zinco, grupo dos sulfatos e áreas de instaurações, provavelmente referentes ao elastômero, ácidos graxos e resinas. As análises por FRX e o EDX identificaram o óxido de zinco como elemento majoritário em todas as marcas analisadas, restringindo a presença do sulfato de bário apenas às marcas DNE, TE e TNE. O resultado obtido através da análise por MEV revelou áreas com partículas e poros de tamanhos variados compatíveis com as diferentes composições dos cones. As análises de DSC e TG determinaram as temperaturas de transição de fases e de degradação dos cones de guta-percha. A partir dos resultados obtidos podemos concluir que os cones de guta-percha apresentaram componentes orgânicos e inorgânicos em torno de 20% e 80%, respectivamente. A manipulação térmica pode causar alterações reversíveis e irreversíveis na estrutura química e nas propriedades físicas dos cones de guta-percha.

**Palavras-chave:** Guta-percha, endodontia, material obturador.

# GUTTA-PERCHA POINTS: ANALYSIS OF STRUCTURE, CHEMICAL COMPOSITION AND THERMICAL PROPERTIES

## Abstract

The success of endodontic treatment is specially determined by a complete and hermetic sealing of the root canal. Cold or thermoplastisized gutta-percha points are frequently used for canal filling. However, there may be chemical undesirable variations of available commercial trades, leading to an incomplete filling of the canal and to a bad result of the treatment. Our objective was to study the crystalline structure, chemical composition and thermal properties of three standardized and unstandardized gutta-percha points available in Brazil (Dentsply, Tanari and Endopoints), by using DRX, FTIR, FRX and MEV/EDX. Thermal analyses was studied by DSC and TG. DRX showed the presence of two compounds, zinc oxide and barium sulfate. FTIR revealed typical bands and peaks of ZnO and BaSO<sub>4</sub> and unsaturated areas. These were probably related to polymer, waxes/resins. FRX and EDX analysis revealed that ZnO predominated in all the marks and BaSO<sub>4</sub> was only found in DNE, TE and TNE. TG determined that gutta-percha points were irreversibly decomposition when the temperature was 132°C and DSC showed thermal behaviour typical of β-gutta-percha, with two endothermic peaks. We conclude that gutta-percha points have both inorganic (80%) and organic phases (20%) and that thermal manipulation may lead to irreversible changes in chemical structure which permanently alter its physical properties.

**Key-Words:** gutta-percha; Endodontics; Filling material.



## PUBLICAÇÕES

CASTANHA, E.M.M.; FOOF, M.V.L.; VIEIRA, A.F.; MACELINO, A.C.B.; BARBOSA, W.F.; Biocompatibilidade do Titânio e sua aplicação na Implantodontia. In: III Congresso de Odontologia do CRO-PB, Campina Grande-PB, 2007.

CASTANHA, E.M.M.; FOOK, M.V.L.; MACELINO, A.C.B. Considerações sobre Preparação de Superfície em implantes Osseointegrados. In: I Congresso Internacional de Envelhecimento Humano e I Encontro Brasil/Espanha sobre Envelhecimento Ativo. Campina Grande-PB, 2007.

MADEIROS, K.M.; MACELINO, A.C.B.; Fook, M.V.L. Deposição de hidroxiapatita na superfície da PEAUPM pelo método biomimético para aplicação como biomaterial. In: I Congresso Internacional de envelhecimento Humano e I Encontro Brasil/Espanha sobre Envelhecimento ativo. Campina Grande – PB, 2007.

FOOK, M.V.L.; CASTANHA, E.M.M.; MACELINO, A.C.B.; TENÓRIO, E.J.R.; DANTAS, T.C.; AZEVEDO, V.V.C. Osseointegração: Deposição da hidroxiapatita pelo método biomimético em implantes de titânio. In: I Congresso Internacional de Envelhecimento Humano e I Encontro Brasil/Espanha sobre Envelhecimento Ativo. Campina Grande – PB, 2007.

NASCIMENTO, C.O.; CASTANHA, E.M.M. Incidência de óbitos em idosos por doenças cardiovasculares no Município de Campina Grande PB. In: I Congresso Internacional de Envelhecimento Humano e I Encontro Brasil/Espanha sobre Envelhecimento Ativo. Campina Grande-PB, 2007.

CASTANHA, E.M.M.; SILVA, M.M.F. Efeitos Causados pelo Ruído Ocupacional em Cirurgiões Dentistas. In: V Congresso Paraibano de Odontologia. João Pessoa-PB, 2007.

CASTANHA, E.M.M.; GALVÃO, I.J.P.; PESSOA, L.; GALVÃO, V.; SILVA, M.M.F. Abordagem Terapêutica de Mucosite em Paciente Infantil com Leucemia. In: III Congresso de Odontologia de CRO-PB, Campina Grande-PB, 2007.

CASTANHA, E.M.M.; GALVÃO, I.J.P.; PESSOA, L.; GALVÃO, V.; Estudo Comparativo "IN VITRO" em Molares Decíduos, de Técnicas de Instrumentação Endodôntica. In: III Congresso de Odontologia do CRO-PB, Campina Grande-PB, 2007.

BARBOSA, W.F.; CASTANHA, E.M.M.; MACELINO, A.C.B.; FOOK, M.V.L. Ionômero de Vidro- Características e Aplicação na Odontopediatria- Relatos de Casos Clínicos. In: III Congresso de Odontologia do CRO-PB, Campina Grande-PB, 2007.

OLIVEIRA, F.V.; FOOK, M.V.L.; BARBOSA, R.C.; CASTANHA, E.M.M.; SOUSA, G.T.; FIDELE, T.B.; Costa, R.C. Importância do Estudo Anátomo-Funcional da Articulação Coxo-femural para Substituição com Biomateriais. In: 5º Congresso Latino Americano de Órgãos Artificiais. Ouro Preto-MG, 2008.

OLIVEIRA, F.V.; FOOK, M.V.L.; BARBOSA, R.C.; CASTANHA, E.M.M.; SOUSA, G.T.; FIDELEL, T.B.; Costa, R.C. Importância do Estudo Anátomo-Funcional da Articulação do Joelho para Substituição com Biomateriais. In: 5º Congresso Latino Americano de Órgãos Artificiais. Ouro Preto-MG, 2008.

SOUSA, G.T.; FOOK, M.V.L.; COSTA, R.C.; FIDELES, T.B.; CASTANHA, E.M.M.; OLIVEIRA, F.V. Incidência de Processos Inflamatórios em Mulheres que usam um Biomaterial com grau de risco 2 no Município de Campina Grande-PB. In: 5º Congresso Latino Americano de Órgãos Artificiais. Ouro Preto-MG, 2008.

CATÃO, C.D.S.; BARBOSA, W.P.F.; CASTANHA, E.M.M.; FOOK, M.V.L.; Fook, A.C.B.M.; SOUSA, G.T.; BARROS, C.M.B.; DIAS, A.H.M. Estudo Preliminar de Materiais do Semi-árido Nordestino para Aplicação Odontológica.

In: 25ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Pesquisa Odontológica. Águas de Lindóia-SP, 2008.

BARROS, C.M.B.; CASTANHA, E.M.M.; FOOK, A.C.B.M.; SOUSA, G.T.; BARBOSA, W.F.; CATÃO, C.D.S.; GADÊ-NETO, C.R. Estudo Comparativo de Cones de Guta-percha Comerciais. In: 25ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Pesquisa Odontológica. Águas de Lindóia-SP, 2008.

## SUMÁRIO

AGRADECIMENTOS.....	<i>i</i>
RESUMO.....	<i>ii</i>
ABSTRACT.....	<i>iii</i>
PUBLICAÇÕES.....	<i>iv</i>
SUMÁRIO.....	<i>vii</i>
ÍNDICE DE TABELAS.....	<i>ix</i>
ÍNDICE DE FIGURAS.....	<i>x</i>
SÍMBOLOS E ABREVIATURAS.....	<i>xi</i>
1. INTRODUÇÃO.....	<i>1</i>
2. OBJETIVOS.....	<i>4</i>
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	<i>5</i>
3.1. ANATOMIA DENTÁRIA INTERNA.....	<i>5</i>
3.1.1. Cavidade pulpar.....	<i>5</i>
3.1.2. Polpa Dentária.....	<i>6</i>
3.1.2.1. Odontoblastos.....	<i>6</i>
3.1.2.2. Fibroblastos.....	<i>6</i>
3.1.2.3. Células Ectomesenquimais.....	<i>7</i>
3.1.2.4. Macrófagos.....	<i>7</i>
3.2. REGIÃO PERIAPICAL OU PERIÁPICE.....	<i>7</i>
3.3. ALTERAÇÕES PULPARES.....	<i>8</i>
3.4. TRATAMENTO ENDODÔNTICO.....	<i>9</i>
3.5. IMPORTÂNCIA DA OBTURAÇÃO.....	<i>10</i>
3.5.1. Materiais Obturadores.....	<i>12</i>
3.5.2. Propriedades Requeridas a um Material Obturador.....	<i>13</i>
3.6. TÉCNICAS DE OBTURAÇÃO DOS CANAIS RADICALARES.....	<i>14</i>
3.7. GUTA-PERCHA.....	<i>15</i>
3.7.1. Histórico.....	<i>15</i>
3.7.2. Características.....	<i>16</i>
3.8. MATERIAIS OBTURADORES EM ESTADO SÓLIDO.....	<i>22</i>
3.8.1. Cones do sistema Resilon.....	<i>22</i>
3.8.2. Cones de Prata.....	<i>22</i>
3.8.3. Cones de Guta-percha.....	<i>23</i>
4. MATERIAIS E MÉTODOS.....	<i>25</i>

4.1. MATERIAIS.....	25
4.2. MÉTODOS.....	26
4.2.1 Difração de Raios X.....	26
4.2.2. Espectroscopia por Fluorescência de Raios X.....	26
4.2.3. Espectroscopia na Região do Infravermelho com Transformada de Fourier	27
4.2.4. Calorimetria Diferencial Exploratória (DSC).....	27
4.2.5. Análise Termogravimétrica (TGA).....	28
4.2.6. Microscopia Eletrônica de Varredura e Espectroscopia por Energia Dispersiva de Raios X.....	29
4.2.7. Fluxograma de Metodologia de Trabalho.....	30
5. RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	31
5.1. DIFRAÇÃO DE RAIOS X (DRX).....	31
5.2. ESPECTROSCOPIA POR FLUORESCÊNCIA DE RAIOS X (FRX).....	33
5.3. ESPECTROSCOPIA NA REGIÃO DO INFRAVERMELHO COM TRANSFORMADA DE FOURIER (FTIR).....	35
5.4.CALORIMETRIA EXPLORATÓRIA DIFERENCIAL (DSC).....	38
5.5. ANÁLISE TERMOGRAVIMÉTRICA (TG).....	42
5.6.MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA E ESPECTROSCOPIA POR ENERGIA DISPERSIVA DE RAIOS X.....	45
6.CONCLUSÕES .....	48
7.SUGESTÃO PARA PESQUISA FUTURA.....	50
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	51

## ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 1.	Cones dentais de guta-percha.....	24
Tabela 2.	Composição química dos cones de guta-percha estandardizados (% em peso).....	33
Tabela 3.	Composição química dos cones de guta-percha não-estandardizados (% em peso).....	33
Tabela 4.	Valores de temperatura (DSC 1º e 2º ciclo) dos cones de guta-percha estandardizados.....	40
Tabela 5.	Valores de temperatura (DSC 1º e 2º ciclo) dos cones de guta-percha não-estandardizados.....	40
Tabela 6.	Dados da decomposição dos cones de guta-percha estandardizados e não estandardizados.....	44

## ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1.	Anatomia dentária.....	5
Figura 2.	Evolução da cárie dentária.....	9
Figura 3.	Seqüência clínica do tratamento endodôntico.....	10
Figura 4.	Restaurações insatisfatórias.....	11
Figura 5.	Configurações da unidade monomérica do isopreno.....	17
Figura 6.	Guta-percha nas formas alfa e beta.....	20
Figura 7.	Cones de gutapercha comerciais.....	24
Figura 8.	Fluxograma da metodologia do trabalho.....	30
Figura 9.	DRX dos cones estandardizados (a) e não estandardizados (b).....	31
Figura 10.	Fichas de referência do óxido de zinco (a) e sulfato de bário letra (b) do JCPDS.....	32
Figura 11.	Espectro vibracional de IV dos cones DE, EE e TE.....	35
Figura 12.	Espectro vibracional de IV dos cones DNE, ENE e TNE.....	35
Figura 13.	Curvas DSC dos cones de gutapercha comerciais estandardizados. 1º e 2º ciclo.....	38
Figura 14.	Curvas DSC dos cones de gutapercha comerciais não-estandardizados 1º e 2º ciclo.....	39
Figura 15.	Curvas TG da perda de massa cones de gutapercha estandardizados.....	42
Figura 16.	Curvas de TG da perda de massa dos cones não estandardizados.....	42
Figura 17.	MEV (5000X) e EDX dos cones DE (a,b), EE (c,d) e TE (e,f).....	45
Figura 18.	MEV (5000X) e EDX dos cones DNE (a, b), ENE (c, d) e TNE (e,f).....	46

## SÍMBOLOS E ABREVIATURAS

ADA	América Dental Association
$\alpha$	Alfa
Å	Angstrom
ANSI	América National Standards Institute
$\beta$	Beta
BaSO <sub>4</sub>	Sulfato de bário
BN	Borracha Natural
°C	Graus Celsius
cm	Centímetro
DE	Dentsply estandardizado
DNE	Dentsply não estandardizado
DSC	Calorimetria Exploratória Diferencial
DRX	Difração de Raios X
EE	Endpoint estandardizado
EDX	Espectroscopia por Energia Dispersiva de Raios X
ENE	Endpoint não estandardizado
FTIR	Espectroscopia na Região do Infravermelho com Transformada de Fourier
g	Grama
GP	Guta-percha
IDF	International Dental Federation
ISO	International Organization for Standardization
>	Maior
<	Menor
min	Minuto
mm	Milímetro
$\mu\text{m}$	Micrômetro
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
nm	Nanômetro
%	Por cento
pH	Potencial hidrogeniônico
$\Theta$	Theta
T	Temperatura
TE	Tanari estandardizado
TNE	Tanari não estandardizado
ZnO	Óxido de zinco



## **1- INTRODUÇÃO**

---

A grande incidência da cárie dentária no Brasil e em muitos países em desenvolvimento, tem como conseqüência a crescente evolução da doença. A lesão cariosa é considerada como manifestação clínica de uma infecção bacteriana. A atividade metabólica das bactérias resulta em um contínuo processo de desmineralização e remineralização do tecido dentário, e o desequilíbrio nesse processo pode causar uma progressão da desmineralização do dente com conseqüente formação da lesão de cárie (MENAKER, 1984).

Esse processo é influenciado por muitos fatores determinantes, o que faz da cárie dentária uma doença infecciosa, transmissível, multifatorial, mutilante e de difícil controle (BRASIL, 2003).

A cárie dentária na sua evolução pode causar alterações pulpares e periapicais irreversíveis, levando à necessidade da realização do tratamento endodôntico como única forma de manter a função do elemento dentário. O tratamento dos canais radiculares representa atualmente 80% das atividades rotineiras de clínicos gerais e endodontistas, principalmente, porque com a elevação do nível sócio-econômico e uma maior valorização da saúde, por parte da população, a exodontia passou a ser considerada a última opção de tratamento (LEONARDO, 1996).

A Odontologia Moderna prioriza tratamentos mais conservadores que preservam o elemento dentário restituindo a função mastigatória e o equilíbrio de todo o sistema estomatognático (LOPES, 2004).

A Endodontia caracteriza-se por ser uma especialidade da Odontologia nascida com a própria Medicina, de raízes biológicas profundas, e cujo campo de atuação diz respeito à etiologia, diagnóstico, prevenção e tratamento das doenças e alterações sofridas pelo tecido interno do dente, a polpa dental e por extensão convencional a região apical e periapical (DE DEUS, 1996; LEONARDO e LEAL, 1998).

Os primeiros relatos de tratamentos das inflamações pulpares datam do século I, onde a polpa dental era extirpada para aliviar a sintomatologia dolorosa. Durante séculos a crença no sobrenatural contemplava a algia de

origem dentária como um castigo divino e os tratamentos realizados na época eram considerados uma tortura. Os procedimentos realizados empiricamente, objetivavam o alívio da dor e a substituição do tecido pulpar infectado, para que dessa forma, fosse possível manter a estrutura dentária (DE DEUS, 1992).

O tratamento endodôntico depende fundamentalmente do preparo biomecânico (limpeza, desinfecção e modelagem) do sistema de canais radiculares e sua obturação, para tratar e prevenir o desenvolvimento das periapicopatias (LOPES, 2004).

Vários materiais têm sido empregados ao longo dos anos com objetivo de melhorar a qualidade da obturação e aumentar os índices de sucesso do tratamento endodôntico (BROSCO, 2002; GURGEL FILHO et al., 2003).

A obturação do sistema de canais radiculares representa o desfecho de um conjunto de procedimentos intra-canais visando recuperar o dente, restituindo sua função mastigatória normal e a manutenção da saúde dos tecidos apicais e periapicais (GURGEL FILHO et al., 2003). A obturação definitiva deve ser executada com materiais que sejam principalmente biocompatíveis, inertes e antisépticos, de modo a não prejudicar e se possível, estimular o processo de reparação dos tecidos por meio de deposição de tecido mineralizado por parte do organismo (LISA, MIRAGLIA, ARANGUREN, 2006; CURT HUMANN et al., 2002).

A maioria das técnicas endodônticas utiliza para obturação dos canais radiculares um composto polimérico à base de elastômero comercializado com o nome de guta-percha. A guta-percha é um polímero derivado do monômero isopreno, sendo um isômero da borracha natural, porém mais duro, mais quebradiço e menos elástico que a borracha. A guta-percha apesar de uma grande capacidade de adaptação, não possui aderência, apenas se adapta às paredes do canal radicular, sendo seu uso associado a um material plástico, usualmente um cimento obturador endodôntico que preenche as irregularidades internas e age como uma espécie de cola reduzindo a interface entre os cones de guta-percha e as paredes do canal, com o objetivo de promover uma melhor adesão e adaptação evitando a formação de fendas entre o material e a dentina por onde microorganismos poderiam se instalar comprometendo o sucesso do tratamento (LOPES, 2004; MAIA, 2006).

A guta-percha é usada, principalmente, na forma de cones sendo universalmente aceita como material obturador do sistema de canais radiculares devido as suas propriedades físicas únicas, biocompatibilidade, ausência de toxicidade, baixo custo e sua relativa facilidade de colocação e remoção, permitindo o retratamento do canal, se necessário, e a possibilidade de sua utilização em diferentes técnicas realizadas a frio ou termoplastificada (LOPES, 2004). É classificada como um material sólido não reabsorvível apresentando algumas limitações quanto ao seu uso, principalmente pela falta de rigidez e de adesividade às paredes dentinárias que pode permitir seu deslocamento e a infiltração de líquidos para o interior do canal radicular após a conclusão do tratamento endodôntico (RIBEIRO, 1998; VERÍSSIMO, 2007).

A variação destas propriedades pode proporcionar variadas e diferentes condições de interação com o cimento endodôntico obturador. Assim esta pesquisa tem como objetivo avaliar a influência da composição química e estrutura cristalina, na morfologia e nas propriedades térmicas de marcas comerciais de cones de guta percha nas condições de uso (standardizados e não standardizados), disponíveis no mercado nacional e oferecer contribuições para preparação e uso destes cones.

## 2. OBJETIVOS

---

O objetivo deste estudo é avaliar a influência da composição química e estrutura cristalina na morfologia e nas propriedades térmicas de marcas comerciais de cones de guta percha nas condições de uso (standardizados e não standardizados) disponíveis no mercado nacional.

Neste contexto são propostos os seguintes objetivos específicos:

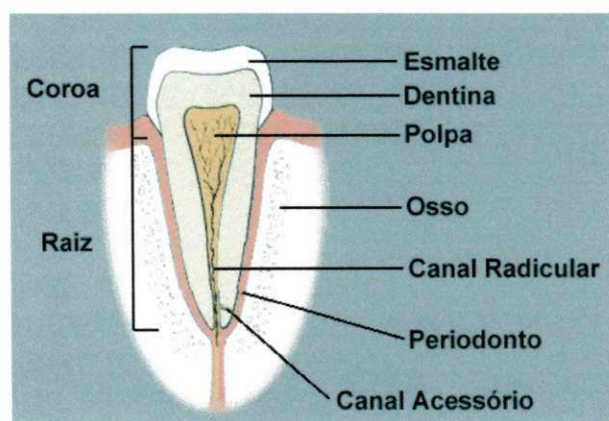
- Determinar a estrutura cristalina por difratometria de raios X;
- Determinar a composição química por fluorescência de raios X, espectroscopia na região do infravermelho por transformada de Fourier, espectroscopia por energia dispersiva de raios X;
- Caracterizar a microestrutura e morfologia por microscopia eletrônica de varredura;
- Estudar as propriedades térmicas por análise termogravimétrica;
- Identificar as possíveis diferenças entre os cones comerciais standardizados e não standardizados;
- Avaliar a influência dos parâmetros analisados sobre a aplicação clínica.

### 3. REVISÃO DA LITERATURA

---

#### 3.1. ANATOMIA DENTÁRIA INTERNA

Na anatomia interna do elemento dentário observa-se a dentina disposta em torno de uma cavidade situada geralmente no centro, a cavidade pulpar, ocupada pela polpa e dividida em duas porções, a porção coronária, onde se aloja a polpa coronária e a porção radicular onde se aloja a polpa radicular, cuja morfologia acompanha o contorno da estrutura externa do dente, conforme ilustra a Figura 1 (DE DEUS, 1992). Esta morfologia, no entanto, poderá sofrer modificações dependendo das agressões de natureza mecânica, térmica, química ou bacteriana, que possam atingir o elemento dentário durante toda a vida (LEONARDO e LEAL, 1998; LOPES, 2004).



**Figura 1.** Anatomia dentária.

Fonte: [www.sobiologia.com.br](http://www.sobiologia.com.br)

##### 3.1.1. Cavidade Pulpar

Situada geralmente no centro do dente, ocupada pelo tecido pulpar, sendo limitada em toda sua extensão pela dentina, exceto ao nível do forame ou forames apicais, parece situar-se na região do eixo neutro da viga dentária, onde o esforço é mínimo ou nulo. Seu tamanho varia com a idade do paciente,

sendo no indivíduo jovem sensivelmente maior que no idoso (DE DEUS, 1992; LEONARDO e LEAL, 1998).

### **3.1.2. Polpa Dentária**

Estruturalmente a polpa dentária mostra-se inicialmente como um tecido conjuntivo mucoso, tipo embrionário, evoluindo para um tecido conjuntivo frouxo, chegando por vezes, na senilidade, a apresentar predominância de fibras. É um tecido ricamente vascularizado e innervado apresentando grande capacidade de reparação desde que colocada em condições favoráveis. As principais funções do tecido pulpar são formativa (produção de dentina), nutritiva, defensiva e sensorial. As principais células deste tecido são: odontoblastos, fibroblastos, células ectomesenquimais e macrófagos (DE DEUS, 1992; LEONARDO e LEAL, 1998; LOPES, 2004; OREFICE et al., 2006).

#### **3.1.2.1. Odontoblastos**

São células especializadas do tecido pulpar, localizadas na periferia deste tecido e adjacente à pré-dentina (camada de dentina não mineralizada), são responsáveis pela formação de dentina e agem como mediadores de sua nutrição. A camada odontoblástica é formada por células dispostas em paliçada (fileira de núcleos alongados paralelos entre si), que se assemelha ao epitélio cilíndrico simples. Na região coronária as células são maiores e mais numerosas do que na região radicular (DE DEUS, 1992; LEONARDO e LEAL, 1998; LOPES, 2004).

#### **3.1.2.2. Fibroblastos**

São as células mais numerosas do tecido conjuntivo pulpar, especialmente na região coronária, onde formam uma camada altamente celularizada. Estas células multifuncionais formam, mantêm e regulam a matriz extracelular fibrilar e amorfa. Existem grupos distintos de fibroblastos que se diferem fenoticamente. Essas células formam diversos tipos de

colágeno, de acordo com suas propriedades funcionais e químicas (LEONARDO e LEAL, 1998; LOPES, 2004).

### **3.1.2.3. Células Ectomesenquimais Indiferenciadas**

As células ectomesenquimais indiferenciadas constituem células de reserva da polpa, pela sua capacidade de diferenciar-se em novos odontoblastos ou fibroblastos de acordo com o estímulo atuante. O número dessas células sofre redução quantitativa com a idade, geralmente, estão na região subodontoblástica e intimamente relacionadas com a microvascularização pulpar. Essas células são muito semelhantes aos fibroblastos quando observadas em cortes histológicos por microscopia óptica, porém são menores e com aspecto estrelado. No dente completamente formado, existe uma população de células ectomesenquimais no ligamento periodontal que permite a diferenciação, quando necessário, de novas células de natureza conjuntiva (LOPES, 2004).

### **3.1.2.4. Macrófagos**

Os macrófagos são células que participam do mecanismo de defesa e pertencem ao sistema fagocitário mononuclear e, como tal, originam-se dos monócitos. Os macrófagos modificam-se de acordo com o local que se encontram no tecido conjuntivo. As células livres possuem formas arredondadas e os macrófagos fixos são irregulares, pela presença de verdadeiros prolongamentos citoplasmáticos. São células de vida longa e podem sobreviver por meses nos tecidos (LEONARDO e LEAL, 1998; JUNQUEIRA e CARNEIRO, 2004).

## **3.2. REGIÃO PERIAPICAL OU PERIÁPICE**

A região periapical ou periápice, para fins didáticos, pode ser definida como um complexo de tecidos, estruturas e elementos anatômicos que se colocam em torno do ápice radicular. Mesmo sem ter uma dimensão precisa

pode-se situá-la como uma região de 6 a 8 mm abrangendo o ápice radicular e as estruturas imediatamente anexas. É a região mais complexa entre as que compõem o campo de ação da endodontia prática, possuem funções variadas como sustentação e inserção, equilíbrio dinâmico, função nutritiva, nervosa e de defesa. Diferentemente do tecido pulpar que possui limitada capacidade de reparo, pois se encontra circundado por paredes rígidas e suprimento sanguíneo restrito, os tecidos periapicais possuem um potencial ilimitado de reparo. A região periapical, em condições normais, é composta por ápice radicular, ligamento periodontal apical e osso alveolar apical (DE DEUS, 1992; LEONARDO e LEAL, 1998; LOPES, 2004).

### **3.3. ALTERAÇÕES PULPARES**

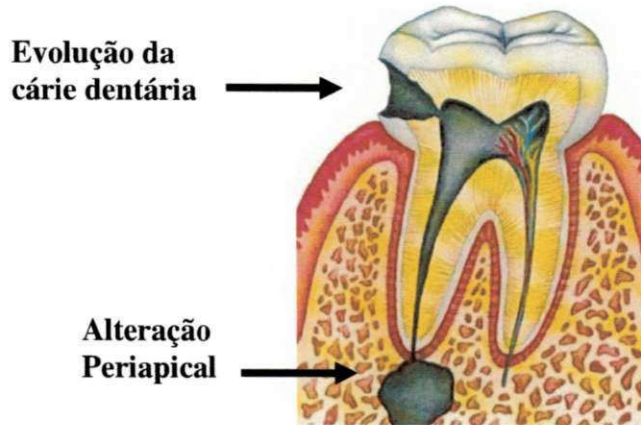
As principais alterações patológicas que acometem a polpa e os tecidos perirradiculares são de natureza inflamatória e de etiologia infecciosa, sendo a cárie dentária responsável pela maioria dessas alterações em nosso país (LEONARDO e LEAL, 1998). A cárie dentária é uma doença multifatorial, transmissível, infecciosa e mutilante, que ocorre quando há a associação de fatores como placa bacteriana cariogênica, dieta inadequada e higiene bucal deficiente (MENAHER, 1984; BRASIL, 2003).

A doença cárie dentária é um processo dinâmico que ocorre nos depósitos microbianos (placa bacteriana localizada na superfície do dente) e que resulta em distúrbios de equilíbrio entre a substância do dente e o fluido da placa adjacente. O resultado com o tempo é a perda mineral nas superfícies do elemento dental, podendo se manifestar de várias formas, desde opacidade no esmalte, até grandes cavidades que podem se estender à polpa dental comprometendo a integridade do dente e se estender para a região periapical repercutindo na saúde geral do paciente, conforme ilustrado na Figura 2. (DE DEUS, 1992).

Quando os tecidos acometidos estão deficientes estruturalmente ou quimicamente, ou a resistência sistêmica está baixa, a destruição dos tecidos pela cárie dentária será rápida. Contrariamente, quando os tecidos não estão



deficientes essa destruição será lenta e possivelmente evitada (LOPES, 2004; MAIA, 2006; ORÉFICE, 2006; FERREIRA et al., 2007).



**Figura 2.** Evolução da cárie dentária.

Fonte: [www.sobiologia.com.br](http://www.sobiologia.com.br)

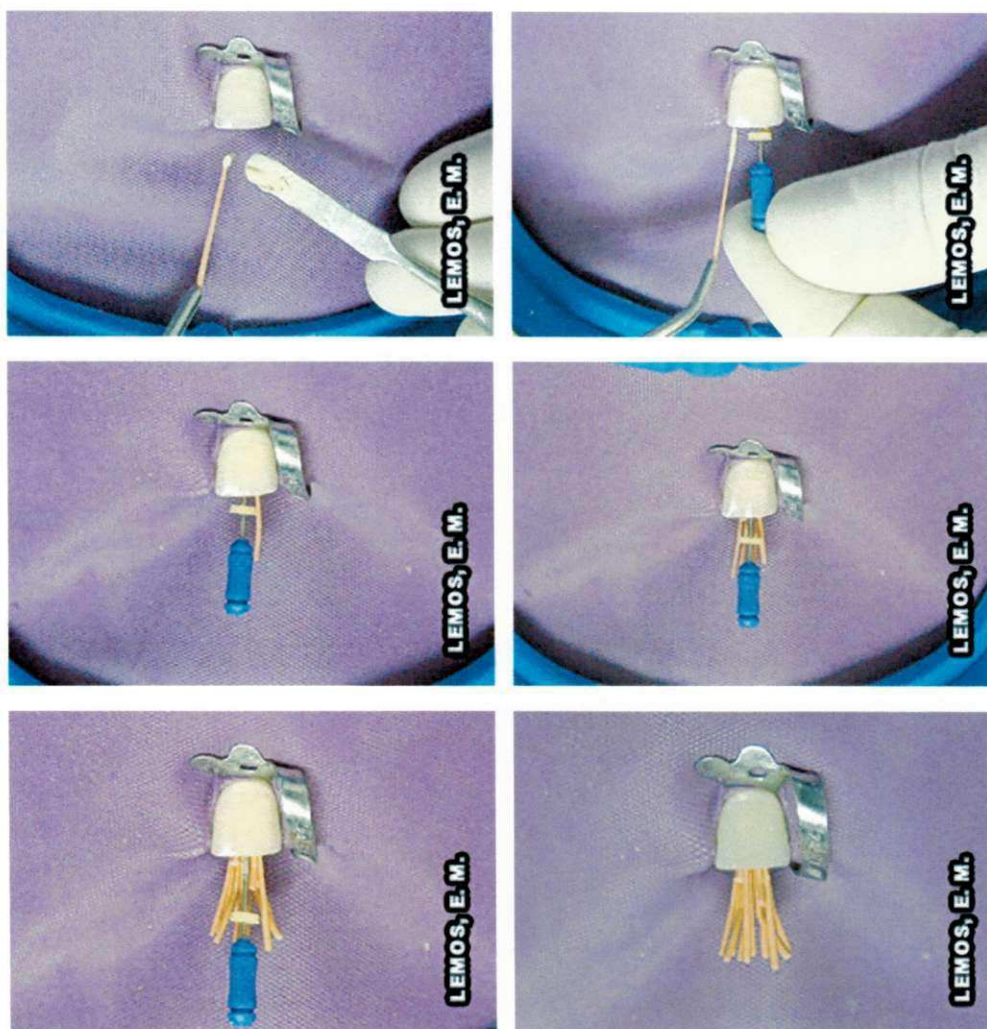
### **3.4. TRATAMENTO ENDODÔNTICO**

O tratamento endodôntico se caracteriza pela remoção de todo tecido infectado que se encontra na parte mais interna do dente, a polpa dentária, substituindo-o por um material obturador biologicamente inerte, proporcionando uma completa obliteração de todo o sistema de canais radiculares (PETERS, 2001).

O tratamento endodôntico é constituído de várias etapas e, a despeito de se ter dado a mesma importância a todas elas, a obturação sempre mereceu destaque, chegando mesmo a ser colocada como fator determinante para o sucesso do tratamento, conforme ilustrado na Figura 3 (FERREIRA, 2005).

A terapia endodôntica envolve o tratamento de dentes com polpas vitais e necrosadas sendo que o sucesso destes tratamentos dependem de vários fatores interdependentes, como limpeza e modelagem, anti-sepsia e obturação tridimensional do sistema de canais radiculares (PETERS, 2001; BROSCO, 2002).

Quando se realiza o tratamento endodôntico, é devolvida ao dente sua função e o equilíbrio de todo sistema estomatognático, fazendo-se necessário o cumprimento de todas as etapas operatórias (LEONARDO e LEAL, 1998; DE DEUS, 1992).



**Figura 3.** Seqüência clínica do tratamento endodôntico.

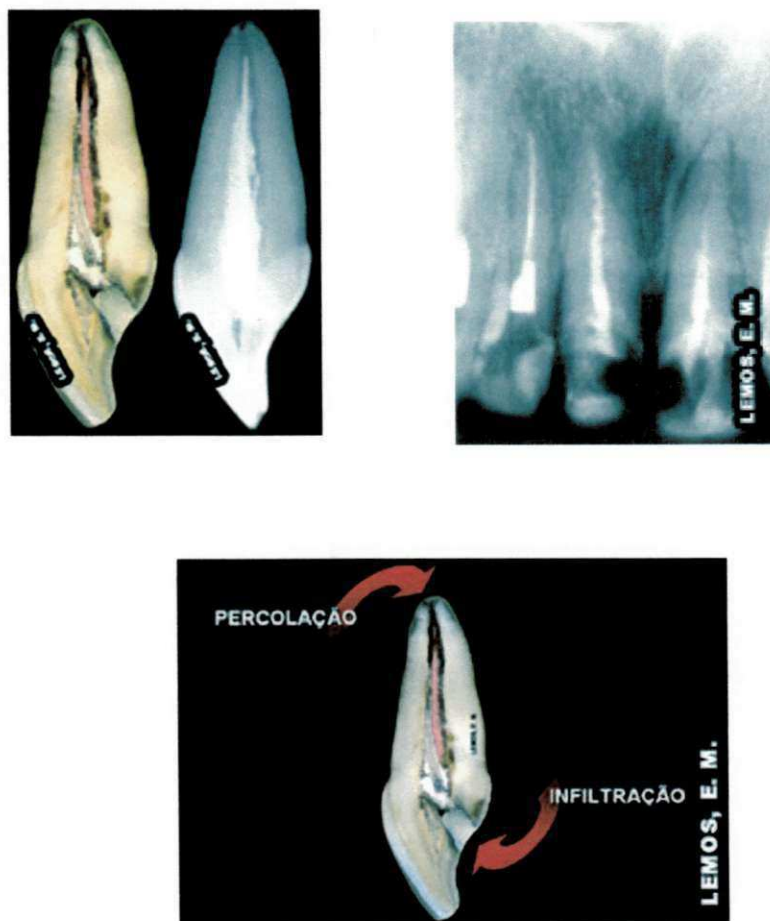
Fonte: LEMOS, 2008

### **3.5. IMPORTÂNCIA DA OBTURAÇÃO**

O princípio da obturação do sistema de canais radiculares é o preenchimento hermético e tridimensional do canal radicular em todo seu volume e comprimento. O selamento é fator condicionante à instalação dos

mecanismos de cura e reparação (MAIA, 2006). O material obturador deve ser biologicamente compatível, dimensionalmente estável, ter limites precisos ocupando o espaço vazio deixado pela polpa dentária e ampliado pelo preparo biomecânico (FERREIRA et al, 2005; SOUZA, 2006).

A grande complexidade anatômica do sistema de canais radiculares, incluindo canais acessórios, anastomoses e deltas apicais, muitas vezes, leva a conseqüentes dificuldades de se obter um vedamento completo das irregularidades e do forame apical com os materiais obturadores atualmente disponíveis, este fato tem sido apontado como causa de 60% das falhas dos tratamentos endodônticos em geral, conforme ilustrado na Figura 3 (GURGEL FILHO et al., 2003; VERÍSSIMO, 2007).



**Figura 4.** Restaurações insatisfatórias dos canais radiculares

Fonte: LEMOS, 2008

A obturação preenchendo toda extensão do canal radicular enclausura as bactérias que possam ter sobrevivido ao preparo químico e biomecânico atuando como uma barreira que dificulta ou impede a micro-infiltração ou percolação de exsudato e subprodutos apicais para o interior do canal radicular e tecidos adjacentes (BROSCO, 2002).

A deterioração do fluido estagnado no espaço criado é tóxica e induz à reação inflamatória, favorecendo a instalação da lesão periapical. O selamento do espaço vazio torna-se então crítico, não no sentido de que a ausência do material obturador represente fracasso no procedimento endodôntico, mas, certamente, torna-o mais susceptível ao insucesso, aumentando ainda o risco de reinfecção (BROSCO, 2002; COLETO, 2006).

Assim, o selamento apical, proporcionado pela obturação é pré-requisito fundamental criando um ambiente favorável para o início do processo de reparação dos tecidos apicais e periapicais, contribuindo para o sucesso do tratamento endodôntico (DE DEUS, 1992; BROSCO; GURGEL FILHO et al., 2003; LOPES, 2004).

### **3.5.1. Materiais obturadores**

Desde épocas remotas da história da odontologia, o cirurgião-dentista já tinha a preocupação de eliminar a dor do paciente e preservar o elemento dentário através da substituição do tecido pulpar doente por um material biologicamente compatível (DE DEUS, 1998).

Esse procedimento, no entanto, era realizado de forma empírica. Há registros da utilização de materiais como parafina, amianto, piche, cera, madeira, bambu, algodão, raspas de dentina de cachorro, marfim pulverizado, dentina humana, metais como chumbo, ouro, prata entre outros. A prata foi usada com algum sucesso clínico, até que estudos comprovaram que este material poderia sofrer alterações quando em contato com os fluidos teciduais, produzindo a corrosão (LEONARDO e LEAL, 1998; COLETO, 2006).

Segundo a literatura até 1867, quando Bowman introduziu a gutapercha na Endodontia, cerca de 250 materiais teriam sido utilizados não só em sua forma pura, como também em associações, na tentativa de encontrar o material ideal que cumpra suas reais finalidades de selamento e respeito pelos

tecidos apicais e periapicais (FREDMAN et al., 1975; LOPES, 2004; GURGEL FILHO et al., 2005).

### **3.5.2. Propriedades requeridas a um material obturador**

O material obturador deve ocupar o espaço vazio deixado pela polpa e pelo preparo biomecânico e apresentar algumas propriedades fundamentais que podem ser divididas em biológicas e físico-químicas (DE DEUS, 1992; LEONARDO e LEAL, 1998; LOPES, 2004).

Estudos ressaltam a importância de um material obturador ser ideal, no que diz respeito às propriedades biológicas: devendo apresentar boa tolerância tecidual; ser reabsorvido no periápice em caso de extravasamento acidental; estimular ou pelo menos permitir a deposição de tecido de reparação e a deposição de tecido mineralizado a nível foraminal; ter ação antimicrobiana; não desencadear resposta imune nos tecidos apicais e periapicais e não ser mutagênico nem carcinogênico (LEONARDO e LEAL, 1998).

Quanto às propriedades físico-químicas: deve ser de fácil inserção; ser plástico no momento da obturação e ser sólido posteriormente; proporcionar um bom tempo de trabalho; permitir um selamento o mais denso e uniforme possível; possuir bom escoamento; boa viscosidade e aderência; não ser solubilizado no interior do canal; possuir pH próximo ao neutro; e ser estéril ou de fácil esterilização. Devem selar o canal, tanto apical como lateralmente, ser impermeável à umidade depois de inserido, não apresentar contração volumétrica após sua inserção, deve ser bacteriostático ou impróprio ao crescimento bacteriano, ser radiopaco, não deve manchar a estrutura dentária, e principalmente, não irritar os tecidos apicais e periapicais (DE DEUS, 1992; GURGEL FILHO et al., 2002; BROSCO, 2002).

Até o momento não se conseguiu reunir em um só produto todas as propriedades almejadas, sempre havendo uma prevalência de algumas propriedades sobre as outras (FERRAZ, 1999).

### **3.6. TÉCNICAS DE OBTURAÇÃO DOS CANAIS RADICULARES**

A obturação é a fase complementar do tratamento endodôntico de fundamental importância já que 60% dos insucessos são atribuídos às obturações insatisfatórias dos canais radiculares (BROSCO, 2006). A evolução dos conceitos e a prática de novos métodos e técnicas aliadas ao surgimento de materiais com boas propriedades físicas e biológicas têm sido fatores determinantes para obtenção de elevados índices de sucesso, reduzindo de forma significativa a necessidade de recursos cirúrgicos complementares (BERNABER, 1994).

Várias técnicas têm sido desenvolvidas e aprimoradas para a realização desta etapa, todas com o mesmo objetivo básico de aumentar a qualidade do selamento apical e obter um preenchimento hermético e tridimensional do sistema de canais radiculares.

As técnicas de obturação fazem uso de cones de guta-percha a frio ou aquecido sendo utilizadas de acordo com a anatomia interna do dente e o preparo do canal.

As técnicas que fazem uso de cones de guta-percha a frio são as mais utilizadas pela facilidade de execução. Nesta técnica os cones de guta-percha e o cimento endodôntico são justapostos contra as paredes internas do canal radicular. No entanto análises feitas por microscopia eletrônica de varredura comprovaram que esta técnica permite a formação de espaços vazios, cones de guta-percha retorcidos na massa obturadora e a obturação não resulta numa massa homogênea do material levantando questões quanto à capacidade de selamento satisfatório do sistema de canais radiculares, já que a guta-percha em estado sólido dificilmente molda-se às irregularidades internas do canal, o que torna a técnica insatisfatória, pois esses espaços podem ser habitados por microorganismos, contribuindo para o aumento dos insucessos dos tratamentos endodônticos (GURGEL FILHO, 2002; FERREIRA et al., 2007; AGUIAR et al., 2007).

Para tentar minimizar estes efeitos indesejáveis, técnicas de obturação com guta-percha termoplastificada ou aquecida e guta-percha fluída, tem sido investigadas e modificadas com o objetivo de conseguir redução do tempo de trabalho operatório na fase de obturação e uma melhor adaptação da guta-

percha às paredes dos canais radiculares, bem como homogeneidade da material obturador (SCHILDER, 1967; DE DEUS et al., 2006; FERREIRA et al., 2007).

Essas técnicas, entretanto, exigem um maior controle longitudinal, pois existe maior probabilidade de ocorrer extravasamento de material além do comprimento de trabalho, trazendo como consequência agressões aos tecidos periapicais pela presença física do material obturador, influenciando na reparação pós-tratamento endodôntico, em virtude do desencadeamento de intensas reações inflamatórias em curto prazo e posteriormente reações crônicas como resposta à presença de corpo estranho. Estas reações promovem atraso ou impedem à reparação dos tecidos adjacentes ao material extravasado, podendo provocar em casos mais graves, danos químicos e mecânicos em estruturas anatômicas adjacentes ao ápice dos dentes envolvidos (STREFEZZA, 1999; BAISCH, 2006).

### **3.7. GUTA-PERCHA**

#### **3.7.1. Histórico**

Segundo Goodman, Schilder e Aldrich, (1974) a história primitiva da guta-percha é obscura. Os maias e chineses já a utilizavam em épocas remotas em diversas aplicações (DE DEUS, 1992).

Na década de 1840, a guta-percha passou a ser aplicada nas artes, ciências e indústria, e pela sua diversidade e uso encantava a todos de tal forma que passou a ser usada indiscriminadamente. Porém, a primeira pessoa a utilizar o potencial deste material nas ciências médicas foi o Dr. William Montogmerie Queoa, empregando-o na fabricação de suportes de juntas fraturadas, catéteres, controle de hemorragias e até em doenças da pele (FRIEDMAN et al., 1975; BROSCO, 2002).

Na Odontologia a guta-percha é conhecida há aproximadamente cento e cinquenta anos e foi introduzida na Endodontia em 1867, por Bowman, participando da composição do material utilizado para obturação dos canais

radiculares na proporção de aproximadamente 20% (FRIEDMAN et al., 1975; COLETO, 2006).

### **3.7.2. Características**

A verdadeira guta-percha é uma substância vegetal que pode ser obtida pela coagulação do látex de árvores da família das sapotáceas do gênero *Palaquium*, existente principalmente no Borneo, Nova Guiné e Malásia (SCHILDER et al., 1975; LEONARDO e LEAL, 1985; GURGEL FILHO et al., 2002; HARPE e PETRIE, 2003).

A guta-percha é bem tolerada pelos tecidos vivos, insolúvel em água, soluções salinas ou alcalinas e nos fluídos orgânicos, pouco solúvel em eucalipto, solúvel em éter clorofórmio e xilol. Sofre degradação lenta quando exposta a luz, calor e umidade, apresentando grande resistência à biodegradação (MONDRAGON, 2002; WARNEKE et al., 2007). É rígida na temperatura ambiente, tornando-se flexível entre 25 a 30 °C, plastifica-se a 60 °C e sofre degradação parcial a 100 °C (GURGEL FILHO et al., 2002).

É derivada do monômero isopreno, polimerizado na posição 1,4 e cuja molécula é formada por uma cadeia de átomos unidos por ligações covalentes (FRIEDMAN et al., 1975). As ligações químicas ocorrem em unidades pequenas e simples, formando cadeias maiores com alto peso molecular, denominadas polímeros. Os polímeros podem sofrer mudanças na disposição espacial ou nas ligações dos seus átomos, sendo esse processo chamado de isomerismo (DE DEUS, 1992; BROSCO, 2002). A guta-percha e a borracha natural são exemplos de isomerismo, ambas são polímeros de alto peso molecular, apresentando a mesma unidade constitucional de repetição, diferindo apenas na localização do grupo CH<sub>2</sub> no monômero isopreno. Na borracha natural, os grupos CH<sub>2</sub> encontram-se no mesmo lado em relação à dupla ligação, cis-poliisopreno, enquanto na guta-percha esses grupos estão em lados opostos ou posição transversal, em relação a dupla ligação, trans-poliisopreno. Conforme ilustrado na Figura 5. Esta mudança estrutural causa grandes diferenças nas propriedades mecânicas, volumétricas e térmicas do polímero, principalmente quanto a sua cristalinidade, bem como em suas



aplicações (FRIEDMAN et al., 1975; DE DEUS, 1992; SIRCAR, 1997; BROWMICK, 2002).

A forma "cis" (borracha natural) é retorcida ou enrodilhada, com alinhamento complexo permitindo a mobilidade de uma cadeia em relação à outra, o que dá a borracha uma característica elástica e essencialmente amorfa. Enquanto a forma "trans" (guta-percha) é mais estável, linear e cristaliza-se mais facilmente, pois as cadeias estão fortemente presas uma as outras por ligações secundárias mantendo-se constante o ângulo entre as ligações, o que torna a gutapercha mais dura, mais frágil, brilhante e menos elástica que a borracha natural (RABELO, 1989; GURGEL FILHO et al., 2002; MAIA, 2006; SCHMALZ e BINDSLEV, 2009).

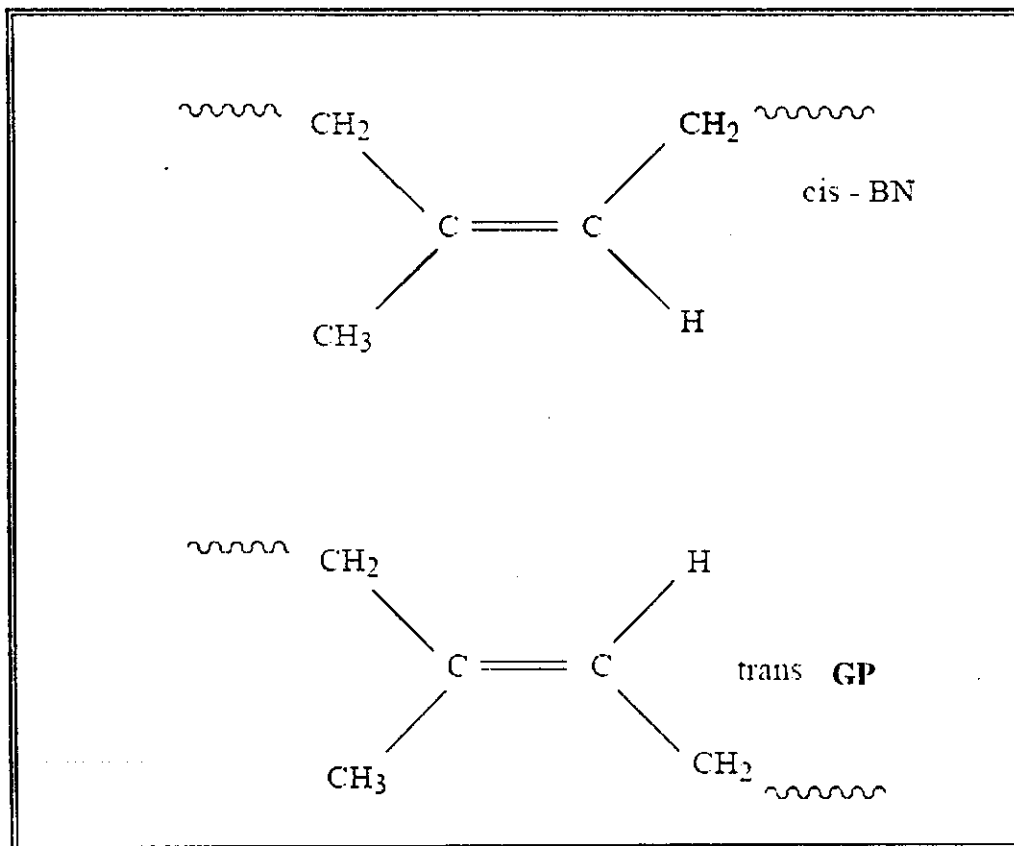


Figura 5. Configurações da unidade monomérica do isopreno.

Fonte: Oliveira, 2004.

O isômero "trans" (guta-percha) pode existir de duas formas cristalinas (alfa e beta), possuindo a mesma composição química, diferindo apenas na

configuração em relação à localização do grupo metila ( $\text{CH}_3$ ) e, conseqüentemente, na distância intermolecular (Figura 6). A forma mais estável é a alfa, encontrada na natureza. A forma beta se estabiliza após adição de componentes inorgânicos. Além destas existe a forma amorfa onde não há ordenação nas cadeias poliméricas. A mudança de fase ocorre com alterações na temperatura, que geram modificação estruturais na cadeia de carbonos podendo ser reversíveis ou não (SCHILDER et al., 1974; HOOTARE e POWERS, 1977). A guta-percha na forma pura (alfa) à temperatura ambiente, é dura tornando-se quando aquecida pegajosa, aderente e com maior escoamento não podendo ser compactada nem alongada. Sua temperatura de amolecimento é em torno de  $65^\circ\text{C}$ . Acima deste valor torna-se amorfa e derretida (CURT HUMANN et al., 2002; BHOWMICK, 2002; RIBEIRO, 2008; SILVA Jr., 2006). Se este material amorfo for resfriado lentamente, abaixo de  $5^\circ\text{C}$  por hora, recristaliza novamente na forma alfa, porém se sofrer resfriamento rápido, como acontece rotineiramente, recristaliza na forma beta que é rígida e sem nenhuma propriedade adesiva. Se a forma beta for novamente aquecida, torna-se amorfa a  $56^\circ\text{C}$ ,  $9^\circ$  abaixo do ponto de amolecimento da forma alfa (GOODMAN et al., 1974; BROSCO, 2002).

O peso molecular e o tamanho da cadeia da guta-percha determinam suas propriedades físicas. Durante o processo de fabricação, através de procedimentos de moagem ou tratamento térmico, as longas cadeias da guta-percha são quebradas em cadeias menores, conferindo ao material características de flexibilidade. Após este processo tem-se guta-percha na fase beta. Atualmente, muitos produtos disponíveis no mercado, apresentam a guta-percha com peso molecular reduzido, conferindo a mesma característica de fluidez, menor temperatura de plastificação e melhor adesividade. A maior adesividade, porém, é proporcionada pela presença de radicais livres provenientes da quebra das cadeias fazendo com que os mesmos procurem se unir a alguma coisa. Então, pode-se concluir que o mais importante é o peso molecular e não se a guta-percha é alfa ou beta (WEALTHERS Jr., 1991).

A guta-percha beta quando aquecida, apresenta dois picos de temperatura, sendo o primeiro entre  $42^\circ\text{C}$  a  $49^\circ\text{C}$  e o segundo entre  $53^\circ\text{C}$  a

59°C, enquanto que a guta-percha na fase alfa apresenta apenas um pico (COMBE, COHEN, CUMMINGS, 2001).

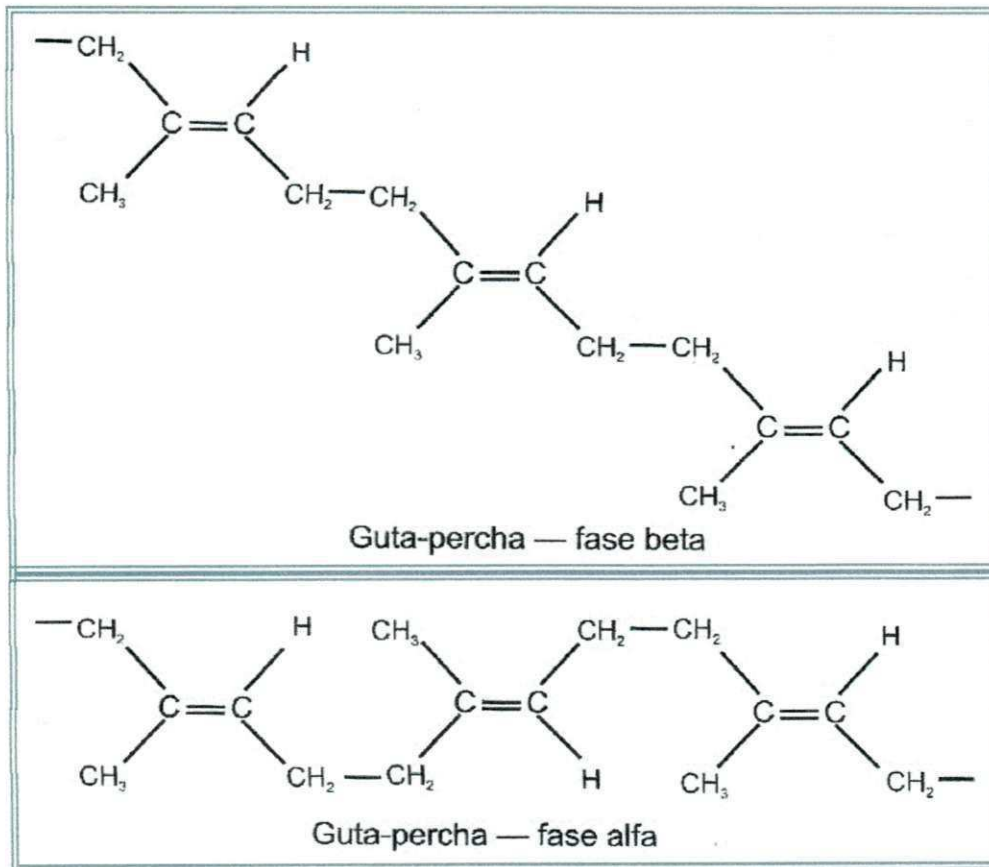
As mudanças de fase da guta-percha também podem provocar alterações em seu comportamento volumétrico. Quando aquecida da forma beta para alfa ou amorfa se expande como resultado da excitação de suas moléculas. Após resfriamento rápido retorna a fase beta sofrendo contração maior que a expansão sofrida anteriormente. Para compensar a diferença entre a expansão e contração, é necessária a realização de uma condensação prevenindo a formação de fendas entre o material. Quanto maior for a temperatura de aquecimento, maior será a contração após resfriamento (BROSCO, 2002).

As temperaturas de transição de fase dependem da proporção entre os componentes orgânicos e inorgânicos da pureza da substância, peso e distribuição molecular, processamento, entre outros fatores (GOODMAN, et al., 1974; MARCIANO et al., 1993).

Os cones de guta-percha após serem adicionados componentes orgânicos e inorgânicos, encontram-se na fase beta e quando aquecidos passam para fase alfa. (SCHILDER et al., 1974). Os cones, com a guta-percha na fase alfa, transformam-se em material amorfo quando submetidos à temperaturas superiores a 65°C Sofrendo degradação parcial acima de 100°C. (GOODMAN et al., 1993; GURGEL FILHO, 2002; MARCIANO et al., 1998). As condições de armazenamento ou estocagem dos cones de guta-percha podem alterar suas propriedades físicas e químicas já que os mesmos com o tempo, vão se tornando ressecados e quebradiços, indicando que pode ocorrer degradação parcial dos seus componentes (CURT HUMANN et al., 2002; LISA, MIRAGLIA, ARANGUREN, 2006; FERREIRA et al., 2007)

A guta-percha na forma pura (alfa) e à temperatura ambiente, é dura tornando-se quando aquecida pegajosa, aderente e com maior escoamento não podendo ser compactada nem alongada. Sua temperatura de amolecimento é em torno de 65°C. Acima deste valor torna-se amorfa e derretida (CURT HUMANN et al., 2002; BHOWMICK, 2002; RIBEIRO, 2008; SILVA JR., 2006). Se este material amorfo for resfriado lentamente, abaixo de 5°C por hora, recristaliza novamente na forma alfa, porém se sofrer resfriamento rápido, como acontece rotineiramente, recristaliza na forma beta

que é rígida e sem nenhuma propriedade adesiva. Se a forma beta for novamente aquecida, torna-se amorfa a 56°C (9° abaixo do ponto de amolecimento da forma alfa) (GOODMAN et al. 1974; BROSCO, 2002).



**Figura 6.** Guta-percha nas formas alfa e beta.

Fonte: LOPES, 2004.

### **3.7. MATERIAIS OBTURADORES EM ESTADO SÓLIDO**

O emprego de materiais em estado sólido contribuiu, indiscutivelmente, para o êxito do tratamento endodôntico, esses materiais são representados pelos cones de guta-percha, cones de prata e cones de resina sintética à base de polímeros de poliéster (Resilon), sendo os cones de guta-percha os mais utilizados e universalmente aceitos nas obturações do sistema de canais radiculares (FRIEDMAN et al., 1975; LOPES, 2004; MAIA, 2006).

Cones de guta-percha



Cones de Resilon



### **3.8.1. Cones do sistema Resilon**

Em 2003, na sessão anual da América Dental Association (ADA) foi lançado no mercado um sistema adesivo de obturação de canais radiculares, o sistema Resilon, desenvolvido como alternativa aos cones de guta-percha e cimentos endodônticos convencionais. Este sistema consiste em uma resina sintética à base de um polímero, disponível na forma de cones de tamanhos e conicidades variadas, usados nas técnicas de obturação clássicas e termoplásticas associado a um cimento dual, uma resina fluída e um primer autocondicionante. Os cones de Resilon apresentam-se como cones principais e secundários e contém em sua fórmula vidro bioativo, oxiclreto de bismuto sulfato de bário, tendo sua termoplasticidade atribuída à incorporação do policaprolactama, sendo semelhantes aos cones de guta-percha na forma e na imagem radiográfica. Porém os cones de Resilon, apresentam uma biodegradação por enzimas encontradas na saliva e bactérias endodonticamente relevante, necessitando de maior investigação (LISA, MIRAGLIA, ARANGUREN, 2006; CURT HUMANN et al., 2002; MAIA, 2006).

### **3.8.2. Cones de Prata**

Os cones de prata foram introduzidos na Endodontia em 1929 como uma opção de cones menos flexíveis em relação aos cones de guta-percha. Fabricados de acordo com a numeração dos instrumentos endodônticos, tiveram uma grande aceitação por possuírem boa rigidez associada à flexibilidade, facilitando a obturação de canais acentuadamente curvos e atrésicos. Embora tenham sido usados com algumas vantagens, vários estudos comprovaram alterações quando em contato com os fluidos teciduais, produzindo corrosão. (LEONARDO e LEAL, 1998). Os subprodutos da corrosão são considerados tóxicos aos tecidos vivos, tornando seu uso contra indicado, apresentando outras desvantagens como a falta de adaptação às irregularidade das paredes internas do canal radicular, dificuldades de

### **3.8.1. Cones do sistema Resilon**

Em 2003, na sessão anual da América Dental Association (ADA) foi lançado no mercado um sistema adesivo de obturação de canais radiculares, o sistema Resilon, desenvolvido como alternativa aos cones de guta-percha e cimentos endodônticos convencionais. Este sistema consiste em uma resina sintética à base de um polímero, disponível na forma de cones de tamanhos e conicidades variadas, usados nas técnicas de obturação clássicas e termoplásticas associado a um cimento dual, uma resina fluída e um primer autocondicionante. Os cones de Resilon apresentam-se como cones principais e secundários e contém em sua fórmula vidro bioativo, oxiclreto de bismuto sulfato de bário, tendo sua termoplasticidade atribuída à incorporação do policaprolactama, sendo semelhantes aos cones de guta-percha na forma e na imagem radiográfica. Porém os cones de Resilon, apresentam uma biodegradação por enzimas encontradas na saliva e bactérias endodonticamente relevante, necessitando de maior investigação (LISA, MIRAGLIA, ARANGUREN, 2006; CURT HUMANN et al., 2002; MAIA, 2006).

### **3.8.2. Cones de Prata**

Os cones de prata foram introduzidos na Endodontia em 1929 como uma opção de cones menos flexíveis em relação aos cones de guta-percha. Fabricados de acordo com a numeração dos instrumentos endodônticos, tiveram uma grande aceitação por possuírem boa rigidez associada à flexibilidade, facilitando a obturação de canais acentuadamente curvos e atrésicos. Embora tenham sido usados com algumas vantagens, vários estudos comprovaram alterações quando em contato com os fluidos teciduais, produzindo corrosão. (LEONARDO e LEAL, 1998). Os subprodutos da corrosão são considerados tóxicos aos tecidos vivos, tornando seu uso contra indicado, apresentando outras desvantagens como a falta de adaptação às irregularidade das paredes internas do canal radicular, dificuldades de

(óxidos e sulfatos), contribuindo em média com 77% em massa (FERREIRA, et al., 2005). A contribuição do polímero (guta-percha) é em torno de 20% e o restante são componentes minoritários graxas, resinas, corantes e agentes antioxidantes. Se a composição dos cones difere de acordo com a marca comercial, as propriedades físicas, comportamento térmico e efeito biológico também podem ser diferentes (GURGEL FILHO et al., 2003; SCHMALZ e BINDSLEV, 2009).

A presença do óxido de zinco altera a plasticidade conferindo maior rigidez e fragilidade, atividade antimicrobiana, e radiopacidade e o sulfato de bário também confere radiopacidade aos cones de gutapercha, porém as diferenças encontradas nas propriedades mecânicas das diversas marcas de cones disponíveis no mercado estão em função principalmente, da concentração de gutapercha e óxido de zinco (FRIEDMAN, 1975; MARCIANO, et al., 1989; COLETTI, 2006; COMBE, COHEN, CUMMINGS, 2001; CAMÕES, et al., 2006).



## 4. MATERIAIS E MÉTODOS

### 4.1. MATERIAIS

Para a obtenção das amostras foram selecionadas três diferentes marcas de cones de guta percha disponíveis no mercado brasileiro nas diferentes apresentações (standardizados e não standardizados). A Tabela 1 apresenta os tipos de cones selecionados e seus respectivos fabricantes.

Tabela 1. Cones dentais de guta-percha.

Tipos de Cones	SIGLA	Fabricante
<b>DENTSPLY</b> ➤ Estandarizado ➤ Não-Estandarizado	DE DNE	Dentsply Ind. e Comércio
<b>ENDOPOINTS</b> ➤ Estandarizado ➤ Não-Estandarizado	EE ENE	Endpoints Ind. Ltda
<b>TANARI</b> ➤ Estandarizado ➤ Não-Estandarizado	TE TNE	Tanariman Ind. Ltda

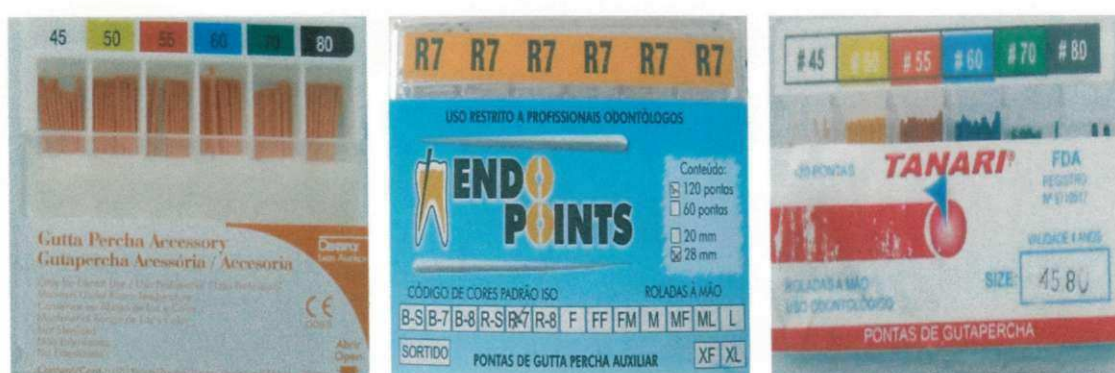


Figura 7. Cones de guta-percha comerciais.

## **4.2. MÉTODOS**

As amostras selecionadas para este estudo foram preparadas mediante moldagem por compressão em prensa hidráulica uniaxial e sistema de aquecimento com aplicação de carga de 1,5 toneladas e temperatura 50°C por 2 minutos. As amostras foram obtidas em forma de filme com espessura de aproximadamente 1,5 mm.

As técnicas utilizadas foram Difractometria de raios X (DRX), Espectroscopia de raios X, Espectroscopia na região do infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR), Calorimetria Diferencial Exploratória (DSC) e Análise Termogravimétrica (TGA) V Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), Espectroscopia por Energia Dispersiva de raios X (EDX).

As caracterizações foram realizadas no Laboratório de Engenharia de Materiais da UAEMA/CCT/UFCG, no Laboratório Institucional de Microscopia Eletrônica de Varredura (LIMEV) da UFRN e no Laboratório de Combustíveis e Materiais do Departamento de Química da Universidade Federal da Paraíba.

### **4.2.1. Difração de raios X (DRX)**

A identificação das fases presentes no material selecionado para este estudo foi realizada comparando-se os dados obtidos com as fichas padrões da base de dados mantida pelo JCPDS - International Center for Diffraction Data (JOINT, 2003).

As análises de DRX foram realizadas em aparelho XRD-6000 Shimadzu localizado no Laboratório de Engenharia de Materiais da UAEMA/CCT/UFCG.

### **4.2.2. Espectroscopia por Fluorescência de raios X (FRX)**

A análise por FRX foi realizada para determinar a composição química semiquantitativa das amostras dos cones comerciais selecionados para este estudo. A qualidade dos dados obtidos dependerá, entre outros fatores, da

faixa de concentração do elemento de interesse na amostra e do limite de detecção da técnica.

A análise por fluorescência de raios X foi realizada em equipamento Shimadzu (EDX 720) localizado no Laboratório de Engenharia de Materiais da UAEMA/CCT/UFCG.

#### **4.2.3. Espectroscopia na região do infravermelho com transformada de Fourier (FTIR)**

O espectro de infravermelho é constituído por bandas de absorção que correspondem às frequências de ligações dos átomos que compõem o material. A intensidade dos picos no espectro é uma indicação direta da quantidade do material presente.

Esta técnica foi utilizada para identificar a composição química através das bandas características dos grupos presentes nos cones de guta-percha selecionados para este estudo.

As análises foram realizadas em um espectrômetro AVATAR TM 360 ESP Nicolet (UAEMA/ CCT/UFCG) e com varredura de 4000 a 400  $\text{cm}^{-1}$ , região do infravermelho médio que corresponde à área de interesse de acordo com as características do material a ser analisado.

#### **4.2.4. Calorimetria Diferencial Exploratória (DSC)**

A calorimetria exploratória diferencial é a técnica pela qual se mede a diferença de energia fornecida à substância e a um material de referência, termicamente inerte, em função da temperatura, enquanto a substância e a referência são submetidas a uma programação controlada de temperatura.

A análise calorimétrica teve como objetivo analisar os efeitos do aquecimento sobre os cones de guta-percha, bem como explorar a ocorrência de picos endotérmicos, que correspondem às transformações cristalinas do polímero (transições de fases  $\beta$  para  $\alpha$  e  $\alpha$  para fase amorfa).

As curvas DSC dos cones de guta-percha foram obtidas em um calorímetro exploratório diferencial da marca TA Instruments, Modelo MDSC-2920, do Laboratório de Combustíveis e Materiais do Departamento de Química da Universidade Federal da Paraíba.

As análises foram realizadas em atmosfera de nitrogênio, com fluxo de 50 mL.min<sup>-1</sup>, numa faixa de temperatura da ambiente até 130°C com razão de aquecimento 1°C.min<sup>-1</sup>. Em seguida, após resfriamento, as amostras foram novamente aquecidas. Desta forma, obtiveram-se dois ciclos de aquecimento para cada amostra. Foram usadas massas de aproximadamente 7,0±0,5 mg acondicionadas em cadinhos de alumina.

#### **4.2.5. Análise Termogravimétrica (TG)**

A termogravimetria é uma técnica de análise térmica na qual a variação da massa da amostra (perda ou ganho) é determinada em função da temperatura e/ou tempo, enquanto a amostra é submetida a uma programação controlada de temperatura.

A termogravimetria possibilita conhecer as alterações que o aquecimento pode provocar na massa das substâncias, permitindo estabelecer a faixa de temperatura em que elas adquirem composição química fixa, definida e constante, a temperatura em que começam a se decompor, acompanhar o andamento de reações de desidratação, oxidação, combustão, decomposição, etc.

As curvas TG dos cones de guta-percha foram obtidas em um calorímetro exploratório diferencial da marca SHIMADZU, Simultaneous DTA – TG Apparatus, Modelo DTG – 60H. As análises foram realizadas em atmosfera de nitrogênio, com fluxo de 50 mL.min<sup>-1</sup>, numa faixa de temperatura da ambiente até 800°C com razão de aquecimento 10°C.min<sup>-1</sup>. Foram usadas massas de aproximadamente 10,0±0,5mg, acondicionadas em cadinhos de alumina. Estas análises foram realizadas no Laboratório de Combustíveis e Materiais do Departamento de Química da Universidade Federal da Paraíba.

#### **4.2.6. Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectroscopia por Energia Dispersiva de Raios X (EDX)**

O microscópio eletrônico de varredura (MEV) é um dos equipamentos mais versáteis usado na caracterização dos objetos sólidos, sendo capaz de produzir imagens de alta ampliação (até 300.000x) e resolução.

O MEV fornece informações necessárias para o entendimento da morfologia e topografia de diferentes superfícies. Imagens topográficas das amostras dos cones de guta-percha foram obtidas por microscopia eletrônica de varredura utilizando um equipamento modelo XL-30-ESEM marca Philips, localizado no Laboratório Institucional de Microscopia Eletrônica de Varredura (LIMEV) da UFRN.

A microanálise com microsonda é uma das técnicas mais importantes no estudo dos materiais orgânicos e inorgânicos. Por meio da análise de EDX, realizada no microscópio eletrônico de varredura, pode-se obter os elementos químicos presentes nas amostras até uma profundidade de 2  $\mu\text{m}$ , determinando a composição química semiquantitativa.

#### 4.2.7. Fluxograma da metodologia do trabalho

O fluxograma contido na Figura 8 apresenta a metodologia e descreve as etapas e a seqüência de desenvolvimento da pesquisa.

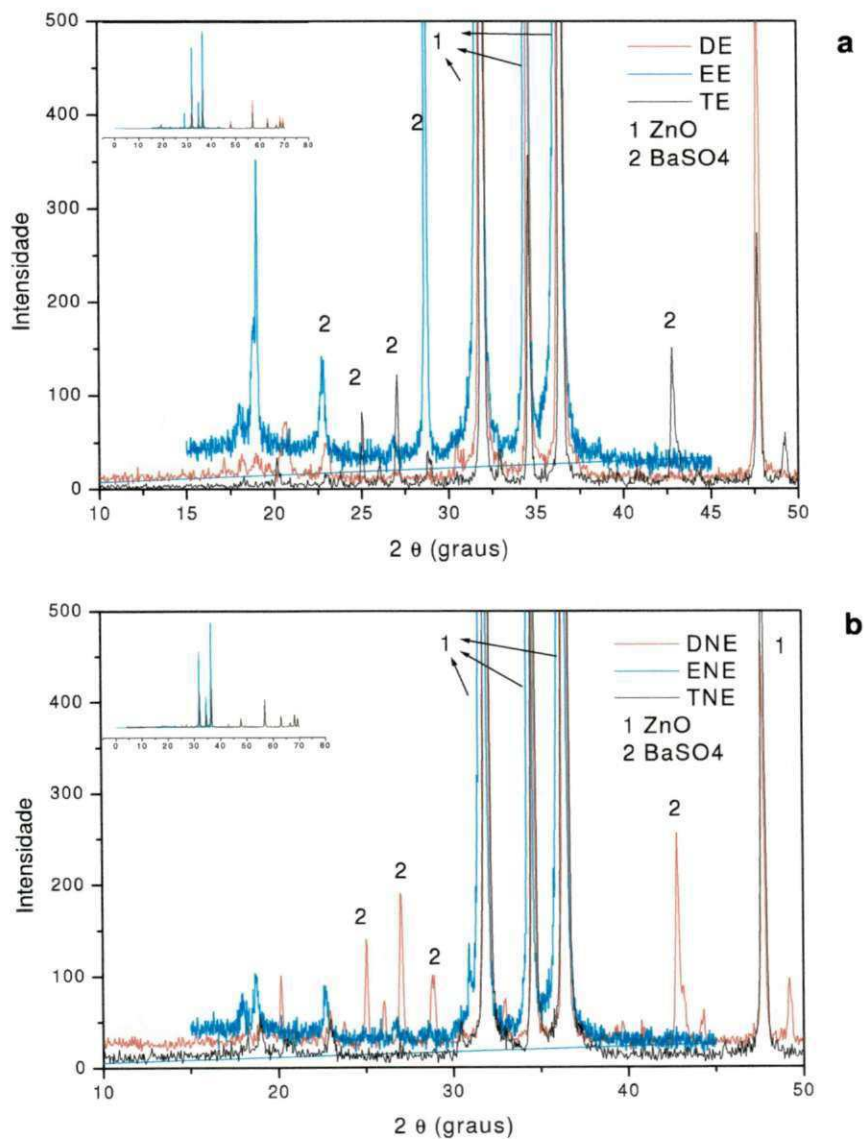


**Figura 8.** Fluxograma da metodologia do trabalho.

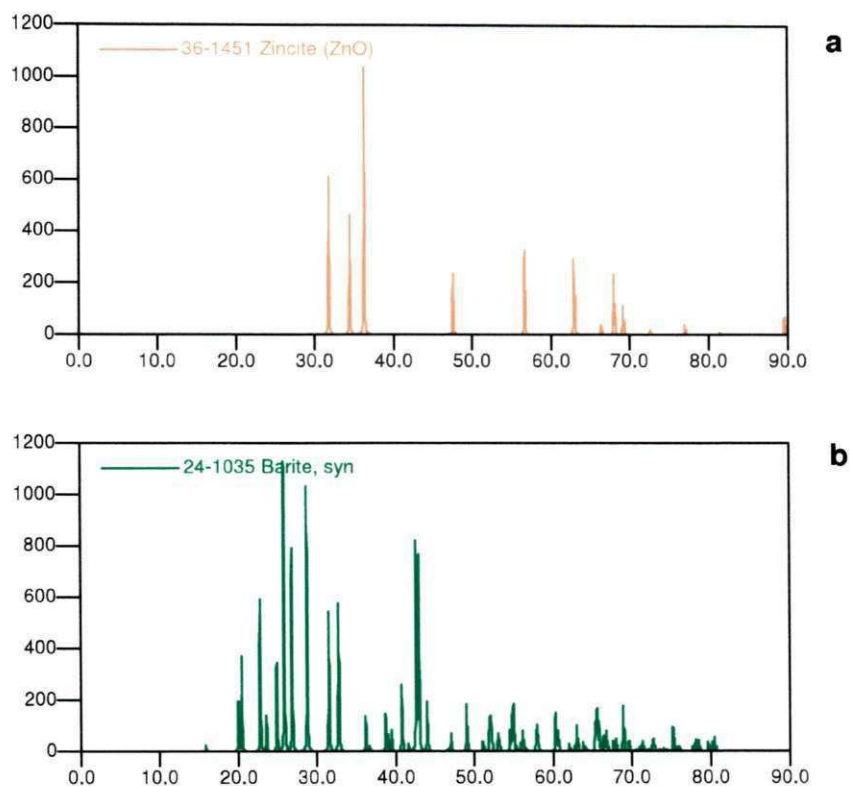
## 5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 5.1. DIFRAÇÃO DE RAIOS X

As Figuras 9 e 10 (a e b) apresentam os difratogramas obtidos para os cones de guta-percha estandardizados e não-estandardizados e as fichas padrão do óxido de zinco e do sulfato de bário, respectivamente.



**Figura 9** (a, b) Difratogramas de raios X de cones guta-percha comerciais (a) estandardizados (b) não-estandardizados, 1 óxido de zinco e 2 sulfato de bário.



**Figura 10.** (a, b) Fichas padrão do banco de dados JCPDS, (a) óxido de zinco e (b) sulfato de bário.

Por meio da comparação com as fichas padrão do programa JCPDS, foi possível identificar a presença de duas fases cristalinas o óxido de zinco (ZnO) e sulfato de bário ( $\text{BaSO}_4$ ).

Estes resultados estão de acordo com pesquisas realizadas por GURGEL FILHO (2003) e FERREIRA (2005).



## 5.2. ESPECTROSCOPIA POR FLUORESCÊNCIA DE RAIOS X (FRX)

As Tabelas 3 e 4 apresentam o resultado da análise química dos cones de guta-percha standardizados e não standardizados obtidos por fluorescência de raios X.

**Tabela 2.** Composição química dos cones de guta-percha standardizados (% em peso).

CONES	Zn	Ba	Si	V	S	Cu	Ni	Sr	Nd	Cr
DE	99,338	-	0,192	0,164	0,130	0,065	0,060	-	-	0,051
EE	97,562	-	2,330	-	-	0,049	0,059	-	-	-
TE	86,443	9,402	0,454	-	3,167	0,042	0,052	0,102	0,336	-

**Tabela 3.** Composição química dos cones de guta-percha não standardizados (% em peso).

CONES	Zn	Ba	Si	V	S	Cu	Ni	Sr	Nd	Al
DNE	86,153	9,256	0,756	-	3,126	-	0,063	-	-	0,0646
ENE	95,367	-	4,516	-	-	0,058	0,059	-	-	-
TNE	86,529	9,248	0,353	-	2,974	0,072	0,062	0,099	-	0,0664

A análise por fluorescência de raios X detectou o zinco como elemento majoritário, em um percentual que variou de 86 a 99% em todas as marcas analisadas. Os cones DE, EE e ENE apresentaram o maior percentual 99, 97, e 95% respectivamente. Os cones TE, DNE e TNE mostraram um percentual em torno de 86%. Na composição dos cones com teor de zinco entre 86 e 87% foi detectado cerca de 9% de bário, e ausência deste elemento nas amostras com teores de zinco superiores a 95% (DE, EE e ENE). A presença do zinco (óxido e silicato), além de influenciar na plasticidade proporciona maior cristalinidade e conseqüentemente maior fragilidade aos cones, também confere radiopacidade e atividade antimicrobiana (FERREIRA et al., 2007). Uma grande quantidade do óxido de zinco pode dificultar a etapa clínica da

obturação, principalmente, de canais curvos e atrésicos, uma vez que o aumento da cristalinidade provocará fragilidade excessiva do cone.

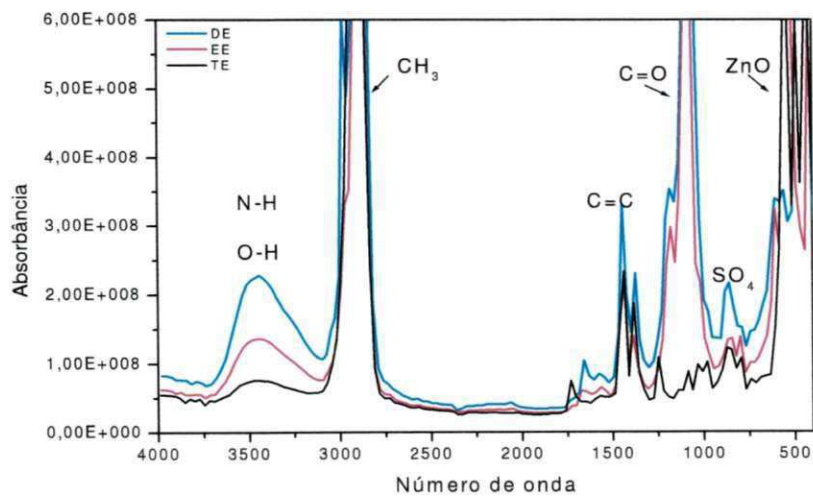
O sulfato de bário usado na composição dos cones como fonte de bário para proporcionar radiopacidade, não foi detectado, nas marcas DE, EE e ENE, tendo as mesmas um alto teor de óxido de zinco, onde o mesmo foi utilizado como único agente radiopaco, apesar de não ser ideal do ponto de vista clínico dos materiais odontológicos. A radiopacidade é um fator importante no tratamento endodôntico. Um material com pouca radiopacidade não proporcionará uma boa visualização radiográfica o que pode dificultar o controle da qualidade da obturação (ALMEIDA e SILVA, 2004).

A presença freqüente do silício na composição química dos cones pode ser explicada pelo fato do zinco ter sido adicionado não só na forma de óxido de zinco como também na forma de silicato de zinco, ou talvez, este composto tenha sido adicionado como mais uma carga. Segundo Suely (2004), o óxido de silício é normalmente usado como reforço para elastômeros, esta autora acrescenta ainda que o aumento de carga em uma formulação tende a aumentar a estabilidade térmica. Vale acrescentar que uma grande quantidade da fração inorgânica na composição dos cones de guta-percha dificulta o desempenho de técnicas termoplastificadas.

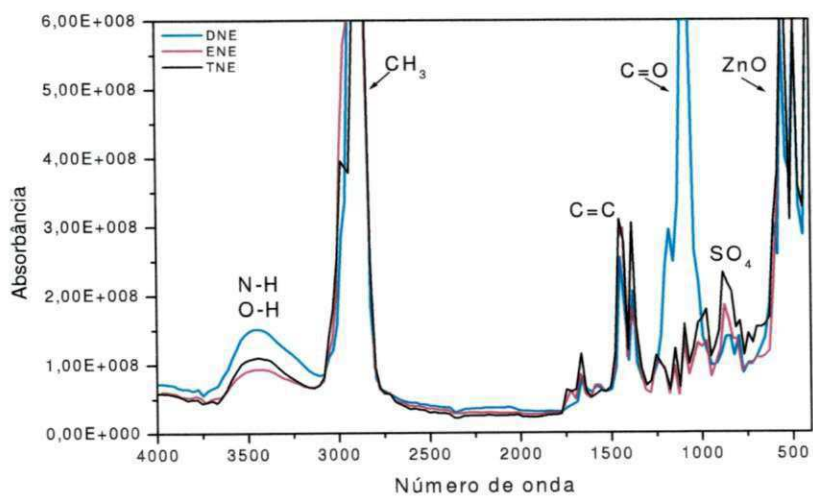
Pequenas quantidades de V, Cu, Ni, Cr, Nd, Sr e Al foram detectados em vários pontos do espectro, provavelmente devido às impurezas dos sais de metais agrupados durante o processo de fabricação dos cones. Segundo Moller, (1984), baixas concentrações destes metais não apresentam nenhuma implicação sob o ponto de vista biológico.

### 5.3. ESPECTROSCOPIA NA REGIÃO DO INFRAVERMELHO COM TRANSFORMADA DE FOURIER (FTIR)

As Figuras 11 e 12 apresentam os resultados da análise por espectroscopia no infravermelho dos cones de guta percha comerciais standardizados e não standardizados.



**Figura 11.** Espectro vibracional de IV dos cones standardizados



**Figura 12.** Espectro vibracional de IV dos cones não standardizados

A análise por FTIR apresenta bandas em torno de  $500\text{ cm}^{-1}$  que são referentes aos modos de estiramento da ligação ZnO. A presença dos grupos sulfatos pode ser observada na região entre  $700$  a  $900\text{ cm}^{-1}$ . As bandas em torno de  $1100\text{ cm}^{-1}$  referem-se às vibrações dos grupos C=O (ácidos carboxílicos). As bandas na região entre  $1300$  e  $1700\text{ cm}^{-1}$  correspondem às vibrações dos grupos C=C (insaturação do carbono) e as bandas na região entre  $2950$  e  $2870\text{ cm}^{-1}$  correspondem ao estiramento simétrico do grupo metila, ( $\text{CH}_3$ ). As bandas na região de  $3500\text{ cm}^{-1}$  correspondem ao estiramento dos grupos N-H e O-H (grupos aminas e hidroxilas).

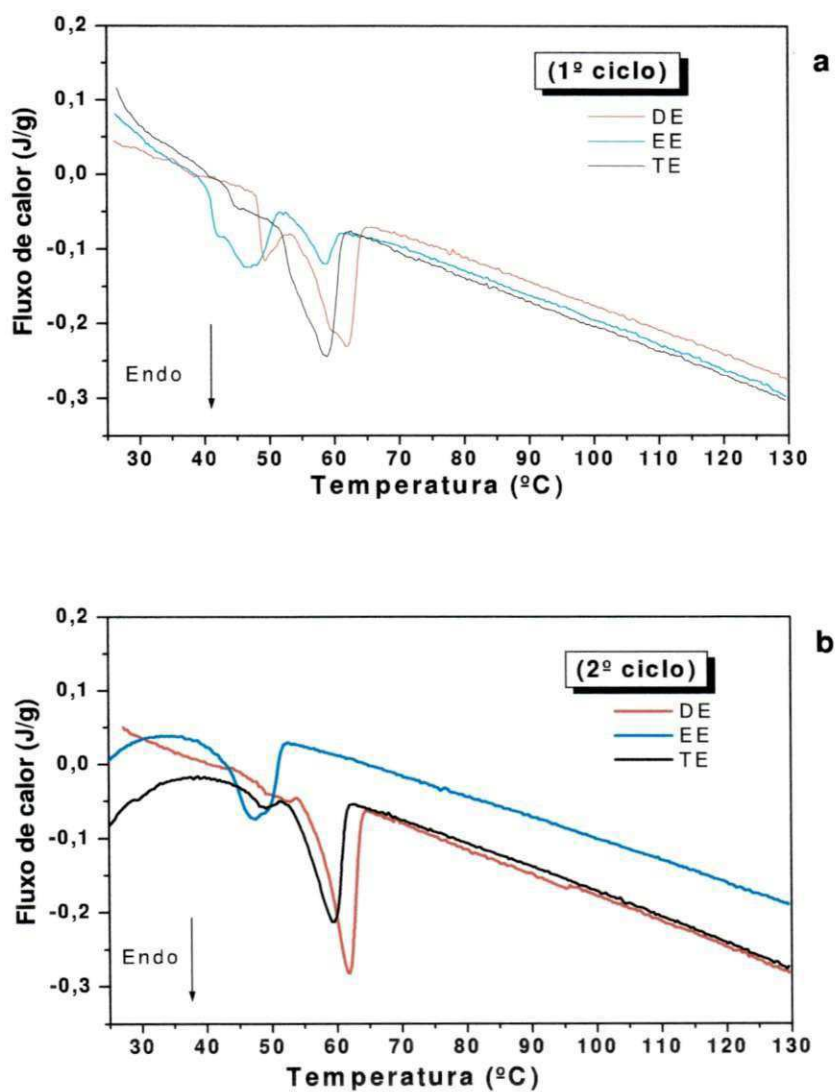
Através do infravermelho foi possível confirmar a presença do ZnO, em todas as marcas de cones analisadas, estando de acordo com os resultados das análises por DRX e FRX realizadas nesta pesquisa. O cone da marca DE e TNE apresentaram uma maior intensidade das bandas referentes ao grupo dos sulfatos em relação às outras marcas. Os cones da marca DE e DNE apresentaram uma maior intensidade nas bandas dos grupos N-H (provenientes dos aditivos e ácidos graxos, presentes na composição dos cones de guta-percha). Os cones da marca DE, EE e DNE, apresentaram comportamento similar quanto ao aumento das bandas em torno de  $1100\text{ cm}^{-1}$ , que se referem às vibrações C=O. Os cones das marcas DE, DNE, ENE e TNE apresentaram comportamento similar nas bandas referentes às vibrações C=C (áreas de insaturação). Na região em torno de  $2900\text{ cm}^{-1}$  as seis marcas dos cones analisadas mostraram um comportamento similar e característico quanto à presença do polímero e/ou dos aditivos. As bandas presentes em torno de  $3500\text{ cm}^{-1}$  correspondem ao estiramento dos grupos N-H e O-H, provenientes dos aditivos graxos e resinas.

Nota-se que os espectros, tanto aqueles dos materiais standardizados quanto não-standardizados, apresentam nitidamente as seguintes diferenças: aumento da banda entre  $3700$  e  $3100\text{ cm}^{-1}$ , acompanhado de aumento do pico em torno de  $1100\text{ cm}^{-1}$ , no cone DE em relação aos cones EE e TE. Este comportamento está relacionado com a maior plasticidade do material. Segundo Ferreira et al. (2007), o aumento de intensidade destas bandas, caracteriza materiais que se mostram em processo de degradação, neste trabalho o autor avaliou a degradação *in vivo* dos cones de guta-percha após o uso entre 5 e 30 anos utilizando como controle, a guta-percha pura.

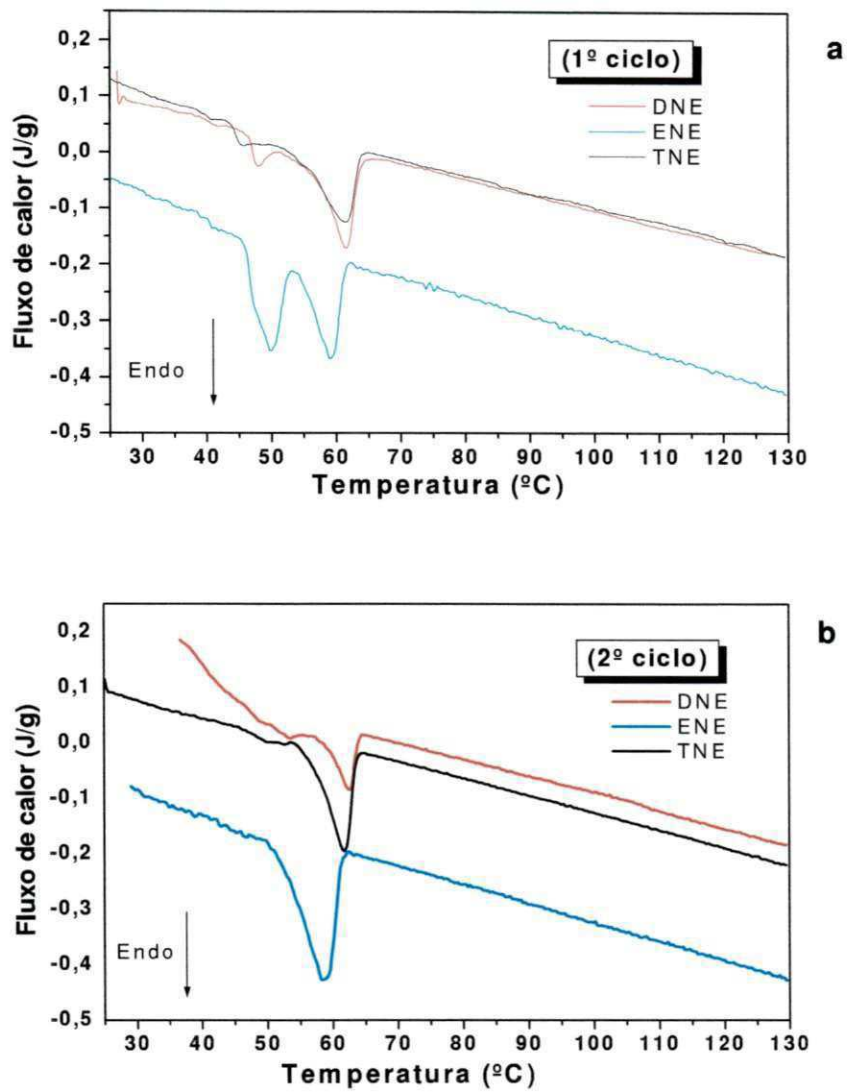
Segundo Alam et al. (2000) estes produtos de degradação são álcoois, ácidos carboxílicos, peróxido de hidrogênio, cetonas, aldeídos, éteres e ésteres. Silva et al. (2006) observou que processo de envelhecimento inclui oxidação e que a guta-percha pode sofrer também um processo de degradação durante a manufatura. O autor destaca que durante o processo de fabricação dos cones de guta-percha, deve-se respeitar um limite de temperatura até 100°C para evitar a degradação prematura do material. Cuidados no armazenamento devem ser observados evitando-se excesso de luz e presença de umidade. Outra questão associada à degradação diz respeito ao uso de técnicas de obturação utilizando guta-percha aquecida, sem controle da temperatura. Estes fatores podem comprometer o sucesso do tratamento endodôntico já que o mesmo depende fundamentalmente da estabilidade do material obturador.

#### 5.4. CALORIMETRIA EXPLORATÓRIA DIFERENCIAL (DSC)

As Figuras 13 (a, b) e 14 (a, b) apresentam os resultados obtidos a partir das curvas calorimétricas, 1<sup>o</sup> e 2<sup>o</sup> ciclo, para os cones de guta-percha comerciais estandardizados e não estandardizados, respectivamente.



**Figura 13.** Curvas DSC dos cones de guta-percha comerciais estandardizados (a) 1<sup>o</sup> ciclo (b) 2<sup>o</sup> ciclo, em atmosfera de N<sub>2</sub> e razão de aquecimento de 1°C/min.



**Figura 14.** Curvas DSC dos cones de guta-percha comerciais não standardizados (a) 1º ciclo (b) 2º ciclo, em atmosfera de N<sub>2</sub> e razão de aquecimento de 1°C/min.

A Tabela 4 apresenta os valores de temperatura para os picos endotérmicos, 1º e 2º ciclos dos cones de guta-percha standardizados.

**Tabela 4.** Valores das temperaturas (DSC, 1º. e 2º. Ciclos) dos cones de guta-percha standardizados.

CONES	1º. ciclo		2º. ciclo	
	Pico 1	Pico 2	Pico 1	Pico 2
	T (°C)	T(°C)	T (°C)	T (°C)
DE	49,15	61,95	61,64	-
EE	46,07	52,22	47,52	-
TE	-	58,85	48,18	59,30

Para os cones DE e EE pode-se observar no 1º ciclo, 2 picos endotérmicos com máximos em 49,15 e 61,95°C, 46,07 e 52,22°C, respectivamente.

Para o cone TE pode-se observar no 1º ciclo apenas 1 pico endotérmico com máximo em 58,85°C.

Analisando-se o 2º ciclo destes cones pode-se observar que o DE e EE apresentaram 1 pico com máximos em 61,64°C e 47,52, respectivamente. Já o cone TE apresentou 2 picos no 2º ciclo, com máximos em 48,18 e 59,30°C.

A Tabela 5 apresenta os valores de temperatura dos picos endotérmicos, 1º e 2º ciclos dos cones de guta-percha não standardizados.

**Tabela 5.** Valores das temperaturas (DSC, 1º. e 2º. Ciclos) dos cones de guta-percha não standardizado standardizados.

CONES	1º. Ciclo		2º. ciclo
	Pico 1	Pico 2	Pico 1
	T (°C)	T (°C)	T (°C)
DNE	47,81	61,85	62,76
ENE	49,66	59,24	52,18
TNE	45,54	61,44	61,85



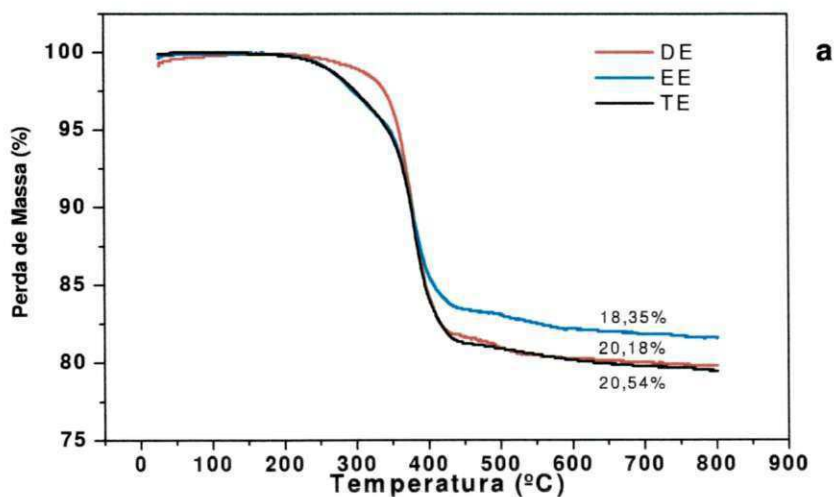
Para os cones DNE, ENE e TNE pode-se observar que todos apresentaram apenas 1 pico no 2º ciclo, com máximos em: 62,76; 52,18 e 61,85°C, respectivamente.

No geral observa-se que as marcas analisadas apresentaram comportamento típico de cones de guta-percha na fase beta, apresentando dois picos endotérmicos. Apenas o cone da marca TE, observou-se um único pico, o que não o caracteriza como um polímero trans-1,4 poliisopreno, ou pode ter ocorrido alterações durante o processamento e armazenagem do mesmo.

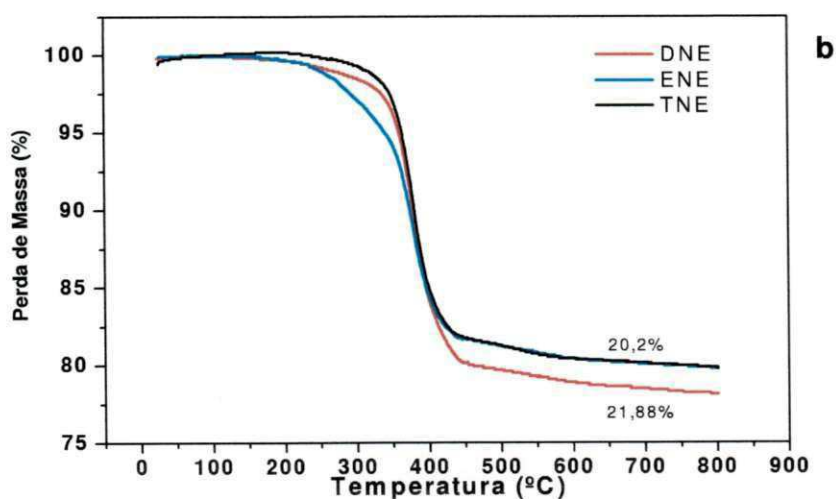
Segundo Ferreira et al. (2007), a guta-percha natural apresenta dois picos endotérmicos, no intervalo de 42 a 49°C, indicando a passagem da fase  $\beta$  para a fase  $\alpha$ , e um segundo pico que ocorre no intervalo entre 52 e 59°C, quando da passagem da fase  $\alpha$  para a amorfa, dando início a degradação do polímero. No caso dos cones que possuem componentes inorgânicos associados a guta-percha, já se espera alterações dessas temperaturas de transições, porém, o perfil térmico permanece, ocorrendo dois picos no 1º ciclo de aquecimento e um no segundo, este comportamento corrobora com os obtidos neste trabalho.

## 5.5. ANÁLISE TERMOGRAVIMÉTRICA (TG)

As Figuras 15 e 16 (a, b) apresentam os resultados obtidos a partir das curvas termogravimétricas para os cones de guta percha comerciais estandardizados e não-estandardizados, respectivamente.



**Figura 15.** Curvas TG da perda de massa durante o ciclo térmico dos cones de guta-percha comerciais estandardizados (a), em atmosfera de  $N_2$  e razão de aquecimento de  $10^\circ C/min$ .



**Figura 16.** Curvas TG da perda de massa durante o ciclo térmico dos cones de guta-percha comerciais não estandardizados (b), em atmosfera de  $N_2$  e razão de aquecimento de  $10^\circ C/min$ .

As temperaturas características das reações de decomposição e as perdas de massa relativas a estas, estão listadas na Tabela 6, onde é possível observar que os cones estandardizados DE e TE são os mais estáveis termicamente, visto que suas decomposições iniciam-se a 194°C e 147°C, respectivamente, diferentemente do cone EE que inicia sua decomposição já a 139°C.

Dessa forma, pode-se propor a seguinte ordem crescente de estabilidade térmica das amostras: **EE < TE < DE.**

Para os cones não estandardizados, observa-se que os TNE e ENE são os mais estáveis termicamente, visto que suas decomposições iniciam-se a 199°C e 167°C, respectivamente, diferentemente do cone DNE que inicia sua decomposição já a 132°C.

Dessa forma, pode-se propor a seguinte ordem crescente de estabilidade térmica das amostras: **DNE < ENE < TNE.**

Comparando os resultados da estabilidade térmica dos cones estandardizados e não estandardizados, pode-se perceber que os cones EE e TE tiveram sua estabilidade térmica aumentada fato não observado para o cone DE.

A análise termogravimétrica permitiu a determinação das porcentagens de peso das porções orgânicas dos cones de guta-percha analisados, onde observou-se uma variação de massa total entre 18,4 e 21,8%.

Foram observadas diferenças de composição química que causaram alterações significativas no comportamento térmico, porém, o aquecimento acima de 132°C causou degradação do polímero guta-percha (trans 1,4-poliisopreno), gerando a perda de massa molar determinada por TG, o que compromete as propriedades de estabilidade dimensional do material obturador.

Tabela 6. Dados da decomposição térmica dos cones de guta-percha estandardizados e não estandardizados.

CONES	Etapas de decomposição	Intervalo de temperatura (°C)	Temperatura de pico (°C)	Perda de Massa total		
				mg	(%)	(%)
DE	1	194 - 293	275	0,089	0,89	
	2	293 - 464	380	1,737	17,52	
	3	464 - 656	532	0,117	1,44	
	4	656 - 730	675	0,017	0,22	20,07%
EE	1	139 - 210	194	0,019	0,19	
	2	210 - 529	372	1,701	17,05	
	3	529 - 681	572	0,069	0,84	
	4	681 - 800	732	0,023	0,29	18,37%
TE	1	147 - 462	385	1,88	18,87	
	2	462 - 643	518	0,09	1,16	
	3	643 - 800	718	0,04	0,52	20,55%
DNE	1	132 - 315	277	0,18	1,80	
	2	315 - 489	381	0,804	18,38	
	3	489 - 671	564	0,096	1,2	
	4	671 - 771	730	0,032	0,4	21,78%
ENE	1	167 - 470	377	1,848	18,48	
	2	470 - 597	523	0,086	1,06	
	3	597 - 693	650	0,031	0,39	
	4	693 - 800	733	0,023	0,29	20,22%
TNE	1	199 - 306	277	0,076	0,76	
	2	306 - 483	386	1,772	17,86	
	3	483 - 635	525	0,084	1,04	
	4	635 - 899	688	0,045	0,57	20,23%

## 5.6 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV) E ESPECTROSCOPIA POR ENERGIA DISPERSIVA DE RAIOS X (EDX)

As Figuras 17 e 18 apresentam os resultados das análises por MEV e EDX das amostras.

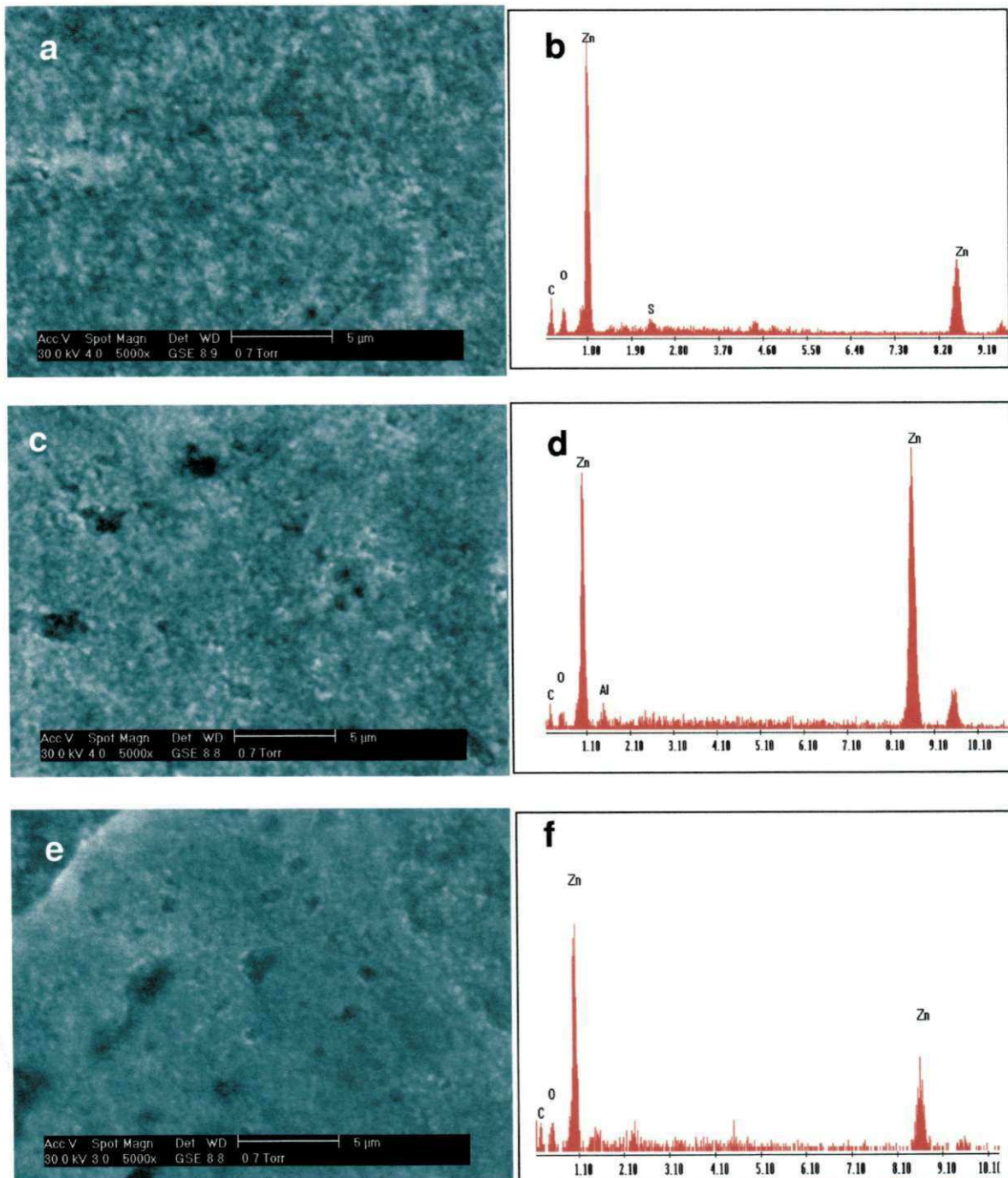
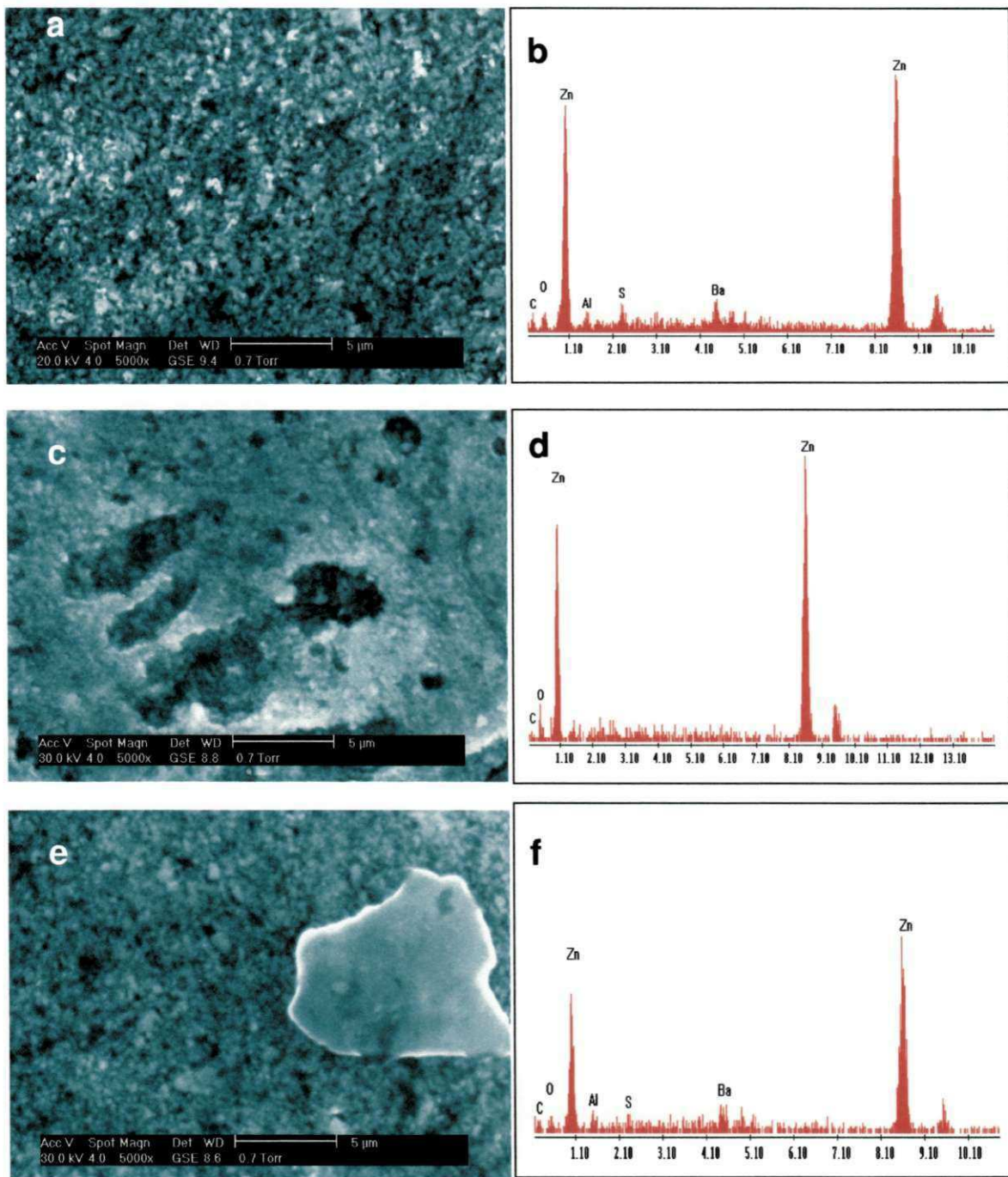


Figura 17. MEV (5000X) e EDX dos cones DE (a, b), EE (c, d) e TE (e, f).



**Figura 18.** MEV (5000X) e EDX dos cones DNE (a, b), ENE (c, d) e TNE (e, f).

As micrografias (Figura 17 a, c e e) dos cones DE, EE e TE mostram as microestruturas dos diferentes cones de guta percha. Nota-se que existem partículas submicrométricas para o cone DE e pequenos poros de tamanho inferior a 1 μm (Figura 17 a). As amostras correspondentes aos cones EE e TE apresentam partículas submicrométricas e poros de tamanhos que variam

de 1 a 3  $\mu\text{m}$ . Aparentemente DE e EE mostram teores maiores de elementos de maior número atômico como o zinco, em comparação com TE, este resultado foi confirmado, nesta pesquisa, por EDX.

As micrografias (Figura 18 a, c e e) dos cones DNE, ENE e TNE mostram morfologias diferentes entre si. Observam-se poros em torno de 1  $\mu\text{m}$  para DNE e partículas micrométricas, dentre as quais destacam-se algumas de intensidade mais clara, que podem estar associadas à presença de bário, elemento de maior número atômico, presente no material de acordo com o EDX. O cone ENE apresenta uma superfície irregular na qual fica evidente porosidade de forma e tamanho muito distintos, os poros menores (1  $\mu\text{m}$ ) e outros mais irregulares têm até 20  $\mu\text{m}$ . O cone TNE tem pouca porosidade com tamanho de 1  $\mu\text{m}$ . A superfície apresenta partículas de intensidade mais clara que também podem estar associadas à presença do bário confirmado por EDX. A análise por EDX também confirmou a presença do zinco como o componente majoritário em todas as marcas avaliadas seguidos dos elementos: bário, carbono, oxigênio, alumínio e enxofre elementos presentes na composição dos cones de guta-percha. Com exceção do cone DE os resultados da análise obtida por EDX corroboram com os resultados do FRX, na qual foi identificada a presença de enxofre e bário para as amostras DNE, TE e TNE.

## 6. CONCLUSÕES

---

Foi identificada por DRX a presença de duas fases cristalinas, óxido de zinco (fase predominante) e sulfato de bário.

A fase inorgânica dos cones de guta-percha é constituída por ZnO (86-99%), BaSO<sub>4</sub>, silicatos e/ou óxido metálicos e a fase orgânica foi observada através de áreas de insaturação e bandas características dos aditivos.

Observou-se diferença significativa para os cones estandardizados no teor de óxido de zinco entre as marcas DE e EE, em relação ao cone TE. Quanto aos não estandardizados a diferença foi entre as marcas ENE e TNE, em relação à DNE

A ordem de cristalinidade foi a seguinte: EE>ENE>DNE>TNE>DE>TE, porém, independente dos cones serem estandardizadas ou não, observou-se a mesma ordem crescente: Endpoint, Dentsply e Tanari.

A morfologia dos cones apresentou microestrutura superficial particulada e porosa. Os poros e partículas apresentam maior uniformidade para os cones estandardizados.

A análise por DSC revelou comportamento típico do trans-1,4 poliisopreno (guta-percha na fase beta) para todos os cones, exceto para o cone TE. O aquecimento acima de 130°C causou degradação do polímero trans 1,4-poliisopreno, gerando a perda de massa molar determinada por TG.

O estudo dos parâmetros supra citados é importante do ponto de vista clínico, uma vez que, a composição química, estrutura cristalina, morfologia e



comportamento térmico dos cones de guta-percha, constituem-se num fator determinante na aplicação clínica. As propriedades químicas dos cones dependem da quantidade entre as porções orgânicas e inorgânicas, estando diretamente relacionadas com a qualidade da obturação e conseqüentemente com o sucesso do tratamento.

## 7. SUGESTÃO PARA PESQUISA FUTURA

---

Uma obturação hermética e tridimensional do sistema de canais radiculares, ainda é um objetivo a ser alcançado na Endodontia. A guta-percha é o material mais utilizado para substituir o tecido pulpar. Para melhorar a qualidade da obturação e diminuir a ocorrência de fendas entre o material obturador, muitas técnicas utilizam a guta-percha termoplastificada, entretanto nem sempre esta termoplastificação dos cones é realizada com temperatura controlada, chegando algumas vezes a atingir uma temperatura em torno de 300°C, provocando a degradação precoce do material comprometendo o sucesso do tratamento endodôntico. Apesar dos inconvenientes desta prática este assunto tem sido pouco estudado. Assim existe a necessidade de mais estudos nesta área para um melhor entendimento dos processos que envolvem a degradação dos cones de guta-percha, *in vivo e in vitro*.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

---

ABUZEID, S.T.; HASSAN, F.E.Z. Infra-red analysis and sealability of gutta-percha subjected to three different types of heat. Disponível em: <[http://www.kau.edu.sa/Files/165/Researches/19243 Infrared%20Analysis%20And%20Sealability%20of%20Gutta%20Percha.pdf](http://www.kau.edu.sa/Files/165/Researches/19243%20Infrared%20Analysis%20And%20Sealability%20of%20Gutta%20Percha.pdf)>. Acesso em: 15 Jun. 2008.

AGUIAR, M.C.; CAMARA, C.A.; ARAUJO, C.S.D.; SANTIAGO, A.I.M. Estudo comparativo do selamento apical de diferentes cones de guta-percha, **Cienc Odontol Braz.** v.10, n. 4, p. 32-36, 2007.

ALMEIDA, S.J.C.; COSTA, R.F. Análise da Radiopacidade de Cinco Diferentes Marca Comerciais de Cones de Guta-Percha, **Pesq Bras Odontol Clin Integr. João Pessoa.** v.4, n.3, p. 171-177, 2004.

ARJUNAN, V.; SUBRAMANIAN, S.; MOHAN, S. Fourier transform Infrared and Raman spectral analysis of trans-1,4-polyisoprene, **Spect Acta Part A.** n. 57, p. 2547-2554, 2001.

BAISCH, S.G.; SILVEIRA, L.F.M.; MARTOS, J. Análise radiográfica da repleção de canais secundários submetidos a técnica de obturação, **Rev Pós Grad.** v. 13, n. 2. p. 139-144, 2006.

BERNABÉ, P.F.E., **Estudo histopatológico realizado em dentes de cães com lesão periapical após apicectomia e tratamento endodôntico via retrógrada. Influência do nível de obturação e do material obturador.** 1994. p. 352. Araçatuba UNESP Tese (Livre Docente) Faculdade de Odontologia de Araçatuba, Universidade Estadual Paulista, 1994.

BHOWMICK, A.K.; STEPHENS, L.H. **HANDBOOK OF ELASTOMEROS**, 2 ed. New York: Marcel Dekker, 2001. 922 p

MINISTÉRIO DA SAÚDE. **Saúde bucal**. Brasília, 2006. 92p. (caderno de atenção básica, 17).

BROSCO, V.H., **Avaliação "IN VITRO" do Selamento Apical dos Canais Radiculares em Função de Diferentes Técnicas de Obtenção**. 2002. 154 p. Dissertação (Mestrado em Odontologia), área de Endodontia. Faculdade de Odontologia de Bauru da Universidade de São Paulo, Bauru, 2002.

CAMÕES, I.C.G.; REIS, F.E.G.; FREITAS, L.F.; GOMES, C.C.; PINTO, S.S. Avaliação do Calibre Apical de Cones de Guta-Percha de Três Marcas Comerciais, **Pesq. Bras. Odontol Clin Integr.** v. 6, n. 2, João Pessoa, p. 111-116, 2006.

COLETTI, J.A.M. **Ação antimicrobiana de desinfetantes em cones de gutta-percha e cones sintéticos de polímeros de poliéster**. 2006. 49 p. Dissertação (mestrado em odontologia), área de Odontologia, Universidade de Taubaté, Taubaté, 2006.

COHEN, E.C.; COMBE, E.C.; LILLEY J.D. Effect of thermal placement techniques on some physical properties of dent gutta-percha, **Int Endod J.** v. 25, n.6, p. 292-296, 1992.

COMBE, E.C.; COHEN, B.D.; CUMMINGS, K. Alpha-and beta-forms of gutta-percha in products for root canal filling, **Int Endod J.** v. 34, n.6, p. 445-451, 2001.

DE DEUS, Q.D. **Endodontia**. 5.ed. Rio de Janeiro: MEDSI, 1992. 695 p.

DE-DEUS, G.; GURGEL-FILHO, E.D.; FERREIRA, C.M.; COUTINHO-FILHO, T. Influence of the filling technique on depth of tubular penetration of root canal sealer: a scanning electron microscopy study, **Bras J Oral Sci.** v. 3, n.9, p. 433-438, 2004.

FERRAZ, J.A.B. Estudo “in vitro” da capacidade de selamento marginal apical promovido por três técnicas de obturação do canal radicular. 1999. p. 112. Dissertação (Mestre em Odontologia), área de atuação em Odontologia restauradora, subárea de Endodontia. Faculdade de Ribeirão Preto, Universidade de São Paulo, São Paulo, 1999.

FERREIRA, C.M.; GURGEL FILHO, E.D.; SILVA Jr., J.B.A.; PAULA, R.C.M.; FEITOSA, J.P.A.; CORTEZ, D.G.N.; ZAIA, A.A. SOUSA-FILHO, F.J. Brazilian gutta-percha points. Part I: Chemical, composition and X-ray diffraction analysis, **Braz Oral Res.** v.19, n. 3, p. 193-197, 2005.

FERREIRA, C.M.; GURGEL FILHO, E.D.; SILVA Jr. J.B.A.; PAULA, R.C.M.; FEITOSA, J.P.A.; GOMES, B.P.F.A.; SOUSA-FILHO, F.J. Brazilian gutta-percha points. part II: thermal properties, **Bras Oral Res.** v. 21, n. 1, p. 29-34, 2007.

FERREIRA, C.M.; VALVERDE, G.B.; SILVA Jr. J.B.A.; PAULA, R.C.M.; FEITOSA, J.P.A.; SOUZA-FILHO, F.J. Clinical relevance of trans 1,4 - polyisoprene aging degradation on the Longevity of root canal treatment, **Braz Dent J.** v. 18, n.2, p. 97-101, 2007.

FERREIRA, C.M.; BONECKER,G.; SILVA JR,J.B.A.; PAULA, R.C.M.; FEITOSA, J.P.A.; SOUZA FILHO, F.J. Degradação of trans-polyisoprene after root filling with termoplasticized tecnicques, **Int Endod J.** v. 41, p. 296-302, 2008.

FRIEDMAN C.E., SANDRICK J.L, HEUER MA, RAPP G.W. Composition and mechanical properties of gutta-percha endodontic points, **J Dent Res.** v. 54 n. 5, p. 921-925, 1975.

GOODMAN, A.; HERBERT, S.; WINTHROP A. The thermomechanical properties of gutta-percha, **Oral Surg.** v. 37, n. 6, p. 954, 1974.

GURGEL FILHO, E.D. **Estudo das propriedades químicas de cinco marcas comerciais de cones de guta-percha e de suas qualidades seladoras.** 2002. 154 p. Tese (Doutorado em Ciência da Odontologia), área de concentração em Endodontia. Faculdade de Piracicaba, São Paulo, 2002.

GURGEL FILHO, D.E.; FEITOSA, J.P.A.; TEIXEIRA, F.B.; PAULA, M.R.C.; SILVA, A.J.B.; SOUZA FILHO, F.J. Chemical and X-ray analyses of five brands of dental gutta-percha cone, **Int Endod J.** v. 36, p. 1-6, 2003.

HARPER, C.A.; PETRIE, E.M. **Plastics Materials and Processes.** New Jersey: Wiley-Interscience, 2003. 974p

HUMANN, C.; RODRIGERS, P.A.; ALENIUS, H.; HALSEY, J.; SULLIVAN, K. Cross-reactivity between gutta-percha and natural rubber latex: Assumption vs reality, **Jada**, v.133, n.10, p.1357-1367, 2002.

KOPPER, P.M.P.; TARTAROTTI, E.; PEREIRA, C.C.; FIGUEIREDO, P.A.J. Estudo da padronização de cones de guta-percha de três marcas comerciais, **Revista Gaúcha de Odontologia.** v. 55, n.2, p.123-126, 2007.

LEONARDO, M.R. **Tratamento de Canais Radiculares, atualidades técnicas.** São Paulo: Editorial Premier, 1996. 169 p

LEONARDO, M.R.; LEAL, M.J. **Endodontia: Tratamento de Canais Radiculares.** 3.ed. São Paulo: Panamericana, 1998. 902 p

LISA, E.; MIRAGLIA J.; ARANGUREN, J. Resilon es el fin de la gutapercha?, **Cient. dent.** v.3, n. 3, p. 183-191, 2006.

LOPES, P.H.; SIQUEIRA Jr., J.F. **Endodontia: Biologia e Técnica.** 2 ed. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan, 2004. 964 p

MACHADO, J.L. **Avaliação radiográfica da obturação de canais laterais artificialmente confeccionados em dentes humanos instrumentados com**

diferentes substanciais auxiliares e obturados pela técnica de condensação lateral. 2005. 74 p. Dissertação (Mestrado em clínica odontológica), área de atuação em Endodontia. Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Odontologia de Piracicaba, Piracicaba, 2005.

MAIA, A.C.D.M. **Avaliação da adaptação apical dos cones acessórios, de gutta-percha e resilon, antes e após a remoção da smear layer.** 2006. 143 p. Dissertação (Mestrado em Odontologia), área de concentração em clínica odontológica. Universidade Potiguar, Natal, 2006.

MARCIANO, J.M. Dental gutta-percha: chemical composition, X-ray identification, enthalpic studies and clinical implications. **J Endod.** v. 15, n. 4, p. 150-153, 1989.

MARCIANO, J., Pierre Michalesco, P.M., Marc, J.M. Abadie. Stereochemical structure characterization of dental gutta-percha. **J Endod.** v. 19, n.1, 1993.

MENAKER, L.D.M.D. **Cáries Dentárias Bases Biológicas.** Rio de Janeiro: Guanabara Koogan, 1984. 461p

MOLLER, B.; DAG, O. Chemical and Energy-dispersive X-ray Analysis of Guuta-percha Points, **J Endod.** v. 10, n. 9, p. 413-416, 1994.

MORAES, I.G.; TAVANO, O.; BERBET, A. Radiopacidade de materiais obturadores de canal radicular. **Odontol Mod** . v. 81, n. 4, p. 30-38, 1988.

ORÉFICE, R.L.; PEREIRA, M.M.; MANSUR, S.H. **Biomateriais: Fundamentos e Aplicações.** Rio de Janeiro: Cultura Médica, 1998. 538p

PETERS, O.A.; Schonenberger K.; Laib A. Effects of four Ni-Ti preparation techniques on root canal geometry assessed by micro computed tomography, **Int Endod J.** v. 34 n.3, p.221-230, 2001.

RABELO, S.M. Apostila: **Estrutura Supermolecular de Polímeros**, Universidade Federal da Paraíba, Departamento de Engenharia Química, 1989.

RIBEIRO, I. L.S.; LIMA, E.G.A. Propriedades físicas, químicas e biológicas dos cones obturadores, **Rev. Cons. Reg. De Odontologia de Pernambuco** Disponível em: < <mhtml:file//G:\Revista%20-20artigo7%20%20quta.mht> >. Acesso em: 09 mar. 2008.

ROOTARE, H.M.; Powers, J.M. Determination of transitions in gutta-percha by differential thermal analysis. **Dent Res.** v.56, n.12, 1977.

SCHILDER, H.D.D.S.; GOODMAN, A.; ALDRICH, W. The thermomechanical properties of gutta-percha part V. volume changes in bulk gutta-percha as a function of temperature and its relationship to molecular phase transformation, **Oral Surg Oral Méd Oral Pathol.** v.59, n.3, p. 285-296, 1985.

SCHILDER, H.D.D.S.; GOODMAN, A.; ALDRICH, W. Determination of phase transition temperatures for gutta-percha Part III, **Oral Surg.** v. 38, n.1, p. 109-114, 1974.

SCHMALZ, G.; BINDSLEV, D.A. **Biocompatibility of Dental Materials**, Berlin: Springer, 2009. 379 p

SILVA Jr. J.B.A.; FEITOSA, J.P.A.; PAULA, R.C.M.; FERREIRA, M.C. **Estudo da Degradação da gutta-percha (1,4 trans-Poliisopreno) in vivo utilizada em Endodontia**, 17º Congresso Brasileiro de Engenharia de Materiais, Foz do Iguaçu, 2006.

SOUZA, R.A.A. Análise crítica do papel da obturação no tratamento endodôntico, **J. Bras. Endod.** v. 6, n.23, p. 29-39, 2006.

VERISSIMO, D.M. **Comparação da infiltração apical entre canais obturados com gutta-percha/AH Plus e o Sistema Resilon/Epiphany**