

JOÃO MARCOS ARRUDA DASSOLER

**PROPRIEDADES FÍSICAS DE DOIS AGREGADOS TRIÓXIDOS
MINERAIS DE PRESA RÁPIDA**

CAMPO GRANDE

2014

JOÃO MARCOS ARRUDA DASSOLER

**PROPRIEDADES FÍSICAS DE DOIS AGREGADOS TRIÓXIDOS
MINERAIS DE PRESA RÁPIDA**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-graduação em Saúde e Desenvolvimento na Região Centro-Oeste da Universidade Federal de Mato Grosso do Sul, para obtenção do título de Mestre.

Orientador: Prof. Dr. Danilo M. Z. Guerisoli

CAMPO GRANDE

2014

FOLHA DE APROVAÇÃO

JOÃO MARCOS ARRUDA DASSOLER

**PROPRIEDADES FÍSICAS DE DOIS AGREGADOS TRIÓXIDOS
MINERAIS DE PRESA RÁPIDA**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-graduação em Saúde e Desenvolvimento na Região Centro-Oeste da Universidade Federal de Mato Grosso do Sul, para obtenção do título de Mestre.

Resultado _____

Campo Grande (MS), ____ de _____ de _____.

BANCA EXAMINADORA

Prof. _____

Instituição _____

Prof. _____

Instituição _____

Prof. _____

Instituição _____

DEDICATÓRIA

Dedico este momento à **Deus**, que me faz acreditar que os limites estão dentro de nós. Só podemos Naquele que acreditamos. Esta força interior vem dEle, o Altíssimo. São pequenas conquistas, porém honestas e sinceras. Minha fé faz-me sempre trilhar pelos caminhos retos. Obrigado por estar vivendo esse momento.

Agradeço por tudo... mesmo por aquelas coisas que não conquistei... contudo tentei.

Aos meus pais, **Marcos e Magali**, por terem me colocado no caminho do bem e que sempre souberam me educar e tratar com carinho, preocupando-se nos momentos difíceis e vibrando com as conquistas, se dedicando e esforçando sempre para tornar o sonho em realidade.

À minha namorada, amiga e companheira **Cristiane**, pela paciência, ajuda e incentivo para a concretização deste trabalho. Tenho um carinho e amor todo especial por você. Esse título é tão seu quanto meu. Muito obrigado por tudo. Muito obrigado por me fazer feliz.

AGRADECIMENTOS

Ao meu orientador **Prof. Dr. Danilo Mathias Z. Guerisoli**, pela paciência, credibilidade, compreensão, me mostrando o caminho da ciência, contribuindo para o meu crescimento profissional, sendo um exemplo de professor, dentista e cientista a ser seguido.

Aos **amigos** que fizeram parte desses momentos sempre me ajudando e incentivando.

À todos os **colegas mestrandos e professores** do Programa de Pós-graduação em Saúde e Desenvolvimento na Região Centro-oeste da Universidade Federal do Mato Grosso do Sul pelo apoio e aprendizado.

À **Inara Pereira Cunha**, aluna do curso de Pós-graduação em Odontologia, por ter tanto me ajudado na execução deste trabalho. Muito obrigado.

Às secretárias da Pós-graduação da Faculdade de Medicina da Universidade Federal do Mato Grosso do Sul, **Vera e Áurea**, pelo carinho e atenção, durante a nossa convivência nestes anos.

À **CAPES** pelo apoio financeiro para o desenvolvimento deste trabalho.

Aos **técnicos** do laboratório de Física da Universidade Federal do Mato Grosso do Sul.

A **todos** vocês meu reconhecimento eterno, gratidão infinita e amizade profunda.

**“A maior recompensa para o trabalho do homem
não é o que ele ganha com isso, mas o
que ele se torna com isso.”**

(John Ruskin)

RESUMO

Dassoler JMA. Propriedades físicas de dois agregados trióxidos minerais de presa rápida. Campo Grande; 2014. [Dissertação – Universidade Federal de Mato Grosso do Sul].

O objetivo deste estudo foi avaliar o tempo de presa, solubilidade, pH, microdureza e resistência à compressão de um agregado trióxido mineral modificado. Para a realização do estudo foram criados três grupos experimentais, sendo o grupo I contendo 75% de clínquer de cimento Portland, 20% de óxido de bismuto e 5% de sulfato de cálcio dihidratado, formulação semelhante ao MTA (ProRoot Gray, Dentsply Tulsa Dental Specialties, Tulsa, OK, EUA); grupo II uma mistura contendo 80% de clínquer de cimento Portland com partículas menores que 10 µm e 20% de óxido de bismuto e grupo III composto por 79% de clínquer de cimento Portland com partículas menores que 10 µm, 20% óxido de zircônio misturado com uma solução aquosa de cloreto de cálcio a 10% e adição de 1% de fluidificante para concreto. O tempo de presa apresentou diferenças significantes entre os grupos, mostrando maior tempo de presa no grupo I, seguidos pelo grupo II e grupo III. Diferenças significantes tanto entre os grupos ($p < 0,001$) como entre os tempos experimentais ($p < 0,001$) foi visto no teste de solubilidade, onde a partir do sétimo dia, ocorreu um ganho de massa significativo no grupo II ($p < 0,001$), sendo que após 28 dias esta variação foi reduzida e os valores voltaram a ser semelhantes ao grupo I ($p > 0,05$). O grupo I apresentou os menores valores de pH entre os cimentos estudados. Em relação à microdureza o grupo III teve valores maiores que o grupo I e o grupo II obteve valores intermediários. Os resultados de resistência à compressão revelaram valores superiores ao grupo III quando comparadas aos outros grupos testados. Concluiu-se que o agregado trióxido mineral modificado apresenta menores tempo de presa e solubilidade do que o MTA original, mantendo o pH do meio mais elevado e mostrando maiores valores de microdureza e resistência à compressão.

Palavras-chave: materiais dentários, cimentos dentários, propriedades físicas e químicas.

ABSTRACT

Dassoler JMA. Physical properties of two rapid setting mineral trioxide aggregates. Campo Grande; 2014. [Dissertação – Universidade Federal de Mato Grosso do Sul].

The objective of this study was to evaluate the setting time, solubility, pH, hardness and compressive strength of modified mineral trioxide aggregates. For the study, three experimental groups were created. Group I contained 75% Portland cement clinker, 20% bismuth oxide and 5% calcium sulfate dihydrate.; group II was a mixture containing 80% Portland cement clinker with particles size smaller than 10 micrometers and 20% bismuth oxide, while group III consisted of 79% Portland cement clinker with particles smaller than 10 micrometers, 20% zirconium oxide and 1% of fly ash, mixed with an aqueous solution of 10% calcium chloride. The setting time showed significant differences between experimental cements, with longer times for group I, followed by groups III and II. Significant differences between groups ($p < 0.001$) and experimental times ($p < 0.001$) were seen in the solubility test. Group I had the lowest pH values between the studied cements. Regarding superficial hardness, higher values were found for group III than group I, while group II had intermediate values. Compression strength test results showed higher values for group III compared to the other groups. It was concluded that the modified mineral trioxide aggregate formulations tested had lower solubility and setting time than the original MTA, while maintaining the pH of the medium. Microhardness and compressive strength were higher in the experimental cements.

Key words: dental materials, dental cements, physical and chemical properties.

LISTA DE TABELAS

Tabela 1	Varição de massa dos cimentos testados, expressa em porcentagem, após diferentes tempos.....	39
Tabela 2	Varição de pH dos cimentos testados, após diferentes tempos.....	40

LISTA DE FIGURAS

Gráfico 1	Tempo de presa inicial, expresso em minutos. A barra horizontal representa a média, enquanto a barra de erros ilustra o desvio-padrão.....	38
Gráfico 2	Variação de massa dos cimentos testados, expressa em porcentagem, após diferentes tempos.....	40
Gráfico 3	pH do meio onde os diferentes cimentos ficaram armazenados. A barra de erros ilustra o desvio-padrão.....	41
Gráfico 4	Microdureza superficial, expressa em VHN. A barra horizontal representa a média, enquanto a barra de erros ilustra o desvio-padrão.....	42
Gráfico 5	Resistência à compressão, expressa em MPa. A barra horizontal representa a média, enquanto a barra de erros ilustra o desvio-padrão.....	43

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

MTA	Mineral Trióxido Agregado
CaCl_2	Cloreto de Cálcio
$(\text{CaO})_3\text{SiO}_2$	Silicato tricálcico
$(\text{CaO})_2\text{SiO}_2$	Silicato dicálcico
$(\text{CaO})_3\text{Al}_2\text{O}_3$	Aluminato tricálcico
$(\text{CaO})_4\text{SiO}_4$	Ferroaluminato tetracálcico
BiO_2O_3	Óxido de bismuto
ANSI/ADA	American National Standards Institute/ American Dental Association
CP	Cimento Portland
WMTA	MTA Branco
GMTA	MTA Cinza
WO_4Ca	Tungstato de cálcio
ZrO_2	Dióxido de zircônio
BaSO_4	Sulfato de bário
pH	Potencial hidrogeniônico
MEV	Microscópio eletrônico de varredura
WC	Cimento Portland branco

OP	Cimento Portland cinza
NO	Óxido nítrico
BPC	Cimento Portland com óxido de bismuto
WPC	Cimento Portland branco
BO	Óxido de bismuto
ZO	Óxido de zircônio
CT	Cimento Portland
SP	São Paulo
EUA	Estados Unidos da América
USA	United States of America

LISTA DE SÍMBOLOS

mm	Milímetro
°C	Graus Celsius
min	Minuto
nm	Nanômetro
MPa	Mega Pascal
N	Newton
VHN	Vickers Hardness Number
g	Gramma

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	14
2	REVISÃO DE LITERATURA.....	17
3	OBJETIVOS.....	33
4	MATERIAIS E MÉTODOS	34
4.1	Tempo de presa.....	35
4.2	Solubilidade.....	35
4.3	pH.....	36
4.4	Microdureza Vickers (MV).....	36
4.5	Resistência à compressão.....	36
5	RESULTADOS.....	38
5.1	Tempo de presa.....	38
5.2	Solubilidade.....	38
5.3	pH.....	40
5.4	Microdureza Vickers (MV).....	41
5.5	Resistência à compressão.....	42
6	DISCUSSÃO.....	44
7	CONCLUSÕES.....	47
8	REFERÊNCIAS.....	48

1 INTRODUÇÃO

O agregado trióxido mineral (MTA) surgiu em 1993 como um material experimental desenvolvido pelo Prof. Mahmoud Torabinejad, elaborado com o objetivo de selar as comunicações entre o endodonto e os tecidos de suporte do dente (TORABINEJAD et al., 1993). Este material pode ser utilizado em reparos de perfurações de origem patológica ou iatrogênica em raízes dentais (LEE et al., 1993), como também em retro-obturações (BERNABÉ et al., 2005). Posteriormente, seu uso foi ampliado para uso em pulpotomias (FARACO et al., 2001; CHACKO et al., 2006) e barreiras apicais em caso de apicificação (STEINIG et al., 2003; SIMON et al., 2007).

O MTA é composto por cimento Portland comum, onde o pó apresenta-se como uma mistura de silicato tricálcico $[(CaO)_3SiO_2]$, silicato dicálcico $[(CaO)_2SiO_2]$, aluminato tricálcico $[(CaO)_3Al_2O_3]$ e ferroaluminato tetracálcico $[(CaO)_4Al_2O_3Fe_2O_3]$, além de pequenas quantidades de outros óxidos minerais (Camilleri et al., 2006a). Para que o cimento se adeque ao uso odontológico, sua radiopacidade é ajustada pela adição de óxido de bismuto (Bi_2O_3), (TORABINEJAD et al., 1995), de modo a cumprir as exigências da especificação nº 57/2000 da American National Standards Institute/American Dental Association (ANSI/ADA) (HUNGARO DUARTE et al., 2012).

Em 1999 o MTA foi lançado comercialmente como ProRoot MTA[®] (Dentsply Tulsa Dental, Tulsa, OK, EUA). No Brasil, uma formulação de MTA foi lançada no comércio com a denominação de MTA Ângelus[®] (Ângelus, Londrina, PR, Brasil), concorrendo com o ProRoot MTA[®] da Dentsply.

A natureza granular do material faz com que muitas vezes seja difícil a sua utilização na clínica (KOGAN et al., 2006), somando-se às suas características negativas o elevado tempo de presa, em torno de 2 horas e 45 minutos, (TORABINEJAD et al., 1995) e baixa coesão inicial (CAMILLERI et al., 2005).

Por outro lado, o óxido de bismuto revelou não ser um agente radiopacificador totalmente inerte quando presente na formulação do MTA. Tem sido demonstrado que o óxido de bismuto interfere no crescimento celular (CAMILLERI et al., 2004) e, quando adicionado ao cimento Portland (CP), aumenta a sua citotoxicidade nos períodos iniciais

em culturas de células de polpa dentária humana (MIN et al., 2007). Mais ainda, o Bi_2O_3 aumentou significativamente o tempo de presa do cimento e reduziu a sua resistência à compressão (COOMARASWAMY et al., 2007; CAMILLERI, 2008). Por fim, um estudo *in vitro* recente utilizando colorimetria investigou os efeitos cromogênicos de formulações comerciais de MTA distintas (MTA branco (WMTA) e MTA cinza (GMTA), respectivamente), confirmando os achados clínicos que sugerem que ambas as formulações podem induzir a descoloração da coroa dental em níveis perceptíveis clinicamente, causada principalmente pela presença do Bi_2O_3 (IOANNIDIS et al., 2013; JANG et al., 2013).

Outros agentes radiopacificadores, como o tungstato de cálcio (WO_4Ca), dióxido de zircônio (ZrO_2) e sulfato de bário (BaSO_4), quando adicionados experimentalmente ao CP, conferem ao cimento uma radiopacidade adequada (BORTOLUZZI et al., 2009; HUNGARO DUARTE et al., 2012), acima do valor mínimo recomendado pela especificação nº 57/2000 da ANSI/ADA (HUNGARO DUARTE et al., 2012). A associação de ZrO_2 ou WO_4Ca ao CP provou não ser citotóxica (HUNGARO DUARTE et al., 2012). Além disso, o ZrO_2 apresenta uma estabilidade cromática que é vantajosa do ponto de vista estético (VALLÉS et al., 2013).

Diversos aditivos são utilizados juntamente com o cimento Portland no ramo da construção civil, com o objetivo de melhorar suas propriedades, adequando-as para cada aplicação. Um desses aditivos é a microssílica (sílica ativa), sendo que a utilização desse material na construção civil tem como objetivo obter um concreto com maior dureza e elevada resistência à compressão, para uso em grandes construções (Do Carmo e Portella, 2008). A sílica ativa é muito reativa e o pequeno tamanho de suas partículas acelera as reações com o hidróxido de cálcio produzido na hidratação do cimento Portland. Suas partículas de pequenas dimensões penetram no espaço entre o cimento, formando um material muito mais compactado (NEVILLE, 1997). Outro aditivo utilizado na construção civil que pode ser aproveitado na formulação de agregados trióxidos experimentais é o fluidificante, que melhora a manipulação do cimento, tornando-o mais fácil de ser utilizado (CAMILLERI, 2008).

O MTA, apesar de possuir excelentes propriedades físicas e biológicas, apresenta elevado tempo de presa, em torno de 2 horas e 45 minutos (TORABINEJAD et al., 1995). Esta é uma característica negativa do material que acarreta implicações clínicas importantes. Em casos onde o MTA é utilizado como material retro-obturador em apicectomias, ocorre contaminação da sua superfície com sangue enquanto ainda

está em estado plástico (TORABINEJAD et al., 1994), o que compromete algumas de suas propriedades físicas (NEKOOOFAR et al., 2010). Em situações de reparo de perfurações de origem patológica ou iatrogênica, pode ocorrer uma contaminação ainda mais intensa do material, que irá se misturar ao tecido sanguíneo presente no local e afetar de modo ainda mais severo suas propriedades (NEKOOOFAR et al., 2010).

Os reflexos de um longo tempo de endurecimento, entretanto, não se limitam apenas aos efeitos deletérios da contaminação do material por sangue. O manejo clínico de situações onde seu uso é indicado torna-se dificultado, pois o profissional muitas vezes precisa interromper a sessão e dispensar o paciente, selando provisoriamente o elemento dental afetado para que o material tome presa (SCHWARTZ et al., 1999; IBARROLA et al., 2008), o que implica em aumento do número de sessões e maior gasto com recursos.

2 REVISÃO DE LITERATURA

Lee et al. (1993) testaram o amálgama, IRM, e um agregado trióxido mineral para a reparação de perfurações de raízes. Cinquenta molares superiores foram usados no estudo. A perfuração foi criada na superfície mesial da raiz em um ângulo de 45 graus para o eixo longitudinal de cada dente. O dente foi colocado dentro de uma solução salina "Oasis" para simular uma condição clínica. Os dentes foram mantidos por 4 semanas no modelo Oasis. Os locais da perfuração foram coradas com azul de metileno por 48 horas, seccionadas, e examinadas sob um microscópio de dissecação. Os resultados mostraram que o MTA teve significativamente menos infiltração do que o IRM ou amálgama ($p < 0,05$).

Torabinejad et al. (1993) analisaram a capacidade de selamento do MTA quando utilizado como um material retro-obturador, sendo utilizados 30 dentes humanos extraídos com canal único, preparados e removidos a coroa na junção cimento esmalte e instrumentados pela técnica *step-back*, utilizando como solução irrigadora o hipoclorito de sódio a 5.25%. O grupo I foi preenchido com amálgama, o grupo II com super EBA e o grupo III preenchido com MTA misturado com água na proporção de 3:1. Como controle, foram utilizadas raízes obturadas apenas com guta-percha. Os espécimes foram submetidos à penetração de um corante fluorescente (rodamina B) por 4 semanas. Após este período, cada espécime foi examinado quanto à adaptação dos materiais testados às paredes dentinárias, presença de lacunas e a extensão de penetração do corante, que emitia uma luz alaranjada quando excitado por luz verde. A presença de infiltração do corante ao longo das paredes da cavidade foi confirmada bloqueando a luz refletida a partir de dentro da amostra, com a passagem de luz vermelha com um comprimento de onda de 600nm. A quantidade de penetração do corante foi mensurada em milímetros usando uma câmera de monitoramento de vídeo. Foi utilizada análise de variância para determinar a diferença estatística de infiltração de corante entre os três grupos. Exceto para as amostras preenchidas com MTA (GI), mostrou-se lacunas, rachaduras entre o material e a parede das cavidades nos demais grupos.

Torabinejad et al. (1994) compararam a quantidade de fugas de corante (em relação à presença ou ausência de sangue) em cavidades, retrobturados com amálgama, Super EBA, IRM, e um mineral trióxido agregado. Depois de retirar as coroas anatômicas de 90 dentes humanos extraídos, suas raízes foram instrumentadas e obturadas, exceto sua porção apical de 2 mm. Cinco ápices de raízes foram preenchidos com guta-percha sem cimento, e outros cinco foram preenchidos com cera pegajosa, servindo como controle positivo e negativo, respectivamente. As 80 raízes restantes foram divididas em 4 grupos iguais e preenchidas com os materiais de teste. Metade do material foi preenchido com a cavidade seca e a outra metade com os espécimes contaminados com sangue. As 90 raízes foram imediatamente colocadas em um corante azul de metileno a 1% durante 72 horas. Por fim, as raízes foram divididas e a penetração do corante foi medida e analisada estatisticamente (análise de variância). Presença ou ausência de sangue não teve efeito significativo sobre a quantidade de infiltração de corante. No entanto, os resultados mostraram que havia uma diferença significativa no vazamento entre os materiais ($p < 0,0001$). Mineral trióxido agregado vazou significativamente menos do que outros materiais testados com ou sem contaminação do sangue no ápice da raiz.

Torabinejad et al. (1995) determinaram a composição química, o pH, a radiopacidade, o tempo de presa, a resistência à compressão e a solubilidade do MTA e compararam algumas destas propriedades com as do amálgama, Super-EBA e IRM. A análise espectrofotométrica mostrou que os principais elementos presentes no MTA foram os íons cálcio e fósforo. Após a presa, o MTA estava dividido em 2 fases, uma de óxido de cálcio e outra de fosfato de cálcio, e em análises posteriores a primeira se apresentou como cristais discretos e a última como uma estrutura amorfa, de aparência granular. A composição média dos prismas foi de 87% de cálcio e 2,47% de sílica e o restante composto por oxigênio. Em áreas de estrutura amorfa foram observados 49% de fosfato, 2% de carbono, 3% de cloreto e 6% de sílica. As normas da ISO 6876 e especificação #30 da ADA foram utilizadas para os outros testes. O pH do MTA logo após a mistura foi de 10,2, após 3 horas aumentou para 12,5 e então permaneceu constante. A radiopacidade média do MTA foi de 7,17 mm/Al, superior a do Super-EBA e do IRM. O amálgama apresentou o menor tempo de presa (4 min), seguido pelo IRM (6 min), Super-EBA (9 min) e MTA (2 horas 45 min). Nas primeiras 24 horas, o MTA apresentou menor resistência à compressão, de 40 MPa, que aumentou para 67

MPa após 21 dias, superando a do IRM (57,4 MPa) e ficando próxima a do Super-EBA (78,1 MPa). O amálgama foi o mais resistente nos 2 períodos avaliados. Nas condições experimentais estudadas, só o IRM apresentou solubilidade.

Faraco Jr et al. (2001) conduziram um estudo onde observaram a resposta da polpa de cães em relação ao agregado trióxido mineral e o cimento de hidróxido de cálcio quando utilizados como materiais de capeamento pulpar. Foi exposta a polpa de 30 dentes e colocados os materiais estudados. Análises histológicas foram vistas 2 meses após o tratamento. Os resultados mostraram o processo de cicatrização com a completa formação de dentina e a ausência de inflamação nas polpas capeadas com MTA. Apenas 5 espécimes quando utilizado o cimento de hidróxido de cálcio formaram a ponte de dentina. Nos grupos experimentais, polpa inflamada foi observada em todos os 3 casos. Os autores concluíram que o MTA exibiu melhores resultados quando comparado ao cimento de hidróxido de cálcio para o capeamento pulpar de cães.

Abdullah et al. (2002) com intuito de diminuir o tempo de presa do cimento Portland, adicionaram CaCl_2 a 10 e 15% ao material e compararam as misturas com o cimento Portland comum, MTA e ionômero de vidro, quanto ao comportamento físico-químico e biológico. O CaCl_2 , em ambas as concentrações, diminuiu o tempo de presa e não alterou as formas dos cristais dos cimentos, vistos em MEV. No teste ELISA, os cimentos com CaCl_2 mostraram altos níveis de liberação de citocinas e osteocalcina, que se mantiveram elevados até 72 horas. Para o MTA, os níveis de liberação se mantiveram em progressão até 48 horas e depois foram reduzidos. Em cultura de células SaOS-2, por meio de MEV, foi observado significativo crescimento celular sobre a superfície dos cimentos, cobrindo-a totalmente, demonstrando biocompatibilidade. Isto sugere, segundo os autores, que a superfície destes materiais não é irritante e não afeta a integridade estrutural da célula, mantendo suas extensões citoplasmáticas, importante configuração para uma integração tridimensional com o tecido ósseo. Os autores relataram que houve a diminuição do tempo de presa, mas não a quantificaram.

Deal et al. (2002) compararam as propriedades químicas e físicas do ProRoot MTA, cimento Portland e de um material experimental, o MTA de presa rápida. Foi empregada espectroscopia de energia dispersa e o teste de indutibilidade de plasma para análise química. O pH e o tempo de presa foram avaliados segundo as normas da ANSI/ADA, especificação #96. A proporção pó/líquido utilizada foi de 1g/0,35 mL

para todos os materiais. Os materiais testados apresentaram composição química semelhante, inclusive na presença do bismuto em uma proporção de 20,1% para o ProRoot MTA, 17,3% para o cimento Portland e 15,5% para o MTA de presa rápida. Imediatamente após a manipulação, o pH foi de 11,72 para o ProRoot MTA, 11,74 para o cimento Portland e 11,69 para o MTA de presa rápida; depois de 30 min foi de 12,3 para os dois primeiros e não medido para o MTA de presa rápida, por estar no estado sólido. O tempo de presa foi de 156 min para o ProRoot MTA, 159 min para o cimento Portland e 17 min para o MTA de presa rápida. Segundo os autores o MTA de presa rápida apresentou propriedades químicas semelhantes às dos outros materiais, porém com tempo de presa significativamente reduzido.

Duarte et al. (2003) avaliaram a liberação de íons cálcio e pH, onde foram avaliados no presente estudo ProRoot, que era composto de 75% cimento Portland, 5% de cálcio e 20% de óxido de bismuto, e MTA- Ângelus, que foi composta de 80% de cimento Portland e 20% de óxido de bismuto. Para a análise de pH um total de cinco amostras foram utilizadas para cada material. Cada tubo foi selado num frasco contendo 10 ml de água deionizada, sendo que, as medições de pH foram feitas 3, 24, 72 e 168 horas após espatulação. A quantidade de cálcio liberado na água deionizada foi determinada as 3, 24, 72, e 168 horas após espatulação, com o auxílio de um espectrofotômetro de absorção atômica. Os valores de pH e de liberação de cálcio foram mais elevados durante as primeiras 3 horas, após isso eles tenderam a diminuir. Os valores de pH e de liberação de cálcio liberados para MTA-Ângelus foram ligeiramente maiores em todos os períodos.

Fridland e Rosado (2003) avaliaram a solubilidade e a porosidade do MTA manipulado em diferentes proporções: 0,26; 0,28; 0,30 e 0,33 g de água para 1 g de pó. O teste de solubilidade seguiu as normas da ISO 6876 e a especificação #30 da ADA, e a porosidade foi avaliada por MEV. O pH da água onde os espécimes foram imersos no teste de solubilidade também foi medido. Os resultados mostraram que o grau de solubilidade e a porosidade aumentaram na medida em que a proporção de água/pó foi aumentada. Os valores de solubilidade, em porcentagem, foram: 1,76%; 2,25%; 2,57% e 2,83%, ficando dentro do valor estabelecido pela ADA, que é de 3% do peso inicial. Na MEV foram observadas bolhas de ar, poros e estrutura capilar que poderiam estar relacionados com a porosidade do material. O pH das soluções ficou entre 11,94 e 11,99. Os resíduos solubilizados na água foram preparados para análise química em

espectrofotômetro de absorção atômica, revelando o cálcio como o principal componente liberado (482 mg/L), seguido pelo potássio (45 mg/L), sódio (21,40 mg/L), sulfato (5,20 mg/L) e ferro (4,96 mg/L).

Camilleri et al. (2004) examinou a biocompatibilidade de duas marcas comerciais de agregado trióxido mineral (MTA), avaliando a morfologia de uma linhagem celular estabelecida. A investigação morfológica celular foi realizada por microscopia eletrônica de varredura em várias ampliações. A biocompatibilidade dos componentes de cimento e o óxido de bismuto também foram investigados. Todas as amostras de cimento mostraram após 1 dia uma monocamada de células confluentes depois de 5 e 7 dias. A resposta de ambos os materiais foram semelhantes. Materiais curadas por 28 dias apresentaram confluência celular incompleta após 1 e 5 dias. O óxido de bismuto não demonstrou biocompatibilidade.

Bernabé et al. (2005) compararam in vitro os efeitos do MTA, IRM, Super EBA e OZE na consistência de massa de vidraceiro, usados como material para obturação retrógrada, no processo de reparo dos tecidos periapicais de dentes despulpados de cães submetidos à técnica de retrobturação convencional. Vinte e quatro pré-molares obtidos de 3 cães foram usados. Os canais radiculares foram mantidos abertos ao meio oral por 180 dias para induzir a formação de lesão periapical. Após a remoção cirúrgica das lesões com curetas, 2mm apicais da raiz foram seccionadas perpendicularmente ao longo eixo do dente e uma cavidade apical foi preparada com broca esférica. As cavidades ósseas foram irrigadas e secas, e as cavidades apicais obturadas com os materiais testados. Após 180 dias os dados foram avaliados cegamente com base nos vários eventos histomorfológicos e os scores obtidos foram analisados estatisticamente. Nenhuma diferença estatisticamente significativa foi observada entre MTA, Super EBA e IRM. O OZE teve influência negativa significativamente maior no reparo apical. Resultados indicaram que o MTA, Super EBA e IRM tiveram efeitos histopatológicos similares entre eles e melhor performance que o OZE utilizado na consistência de massa de vidraceiro. Somente o MTA estimulou a deposição de tecido duro em contato direto com o material retrobturador.

Camilleri et al. (2005) avaliaram a biocompatibilidade do agregado trióxido mineral e do cimento Portland, além de avaliar o metabolismo funcional e proliferação das células. A constituição química de MTA cinza e branco, cimento Portland, cinza e

branco e aceleração do cimento Portland produzido pela exclusão de gesso do processo de fabricação foi determinada usando tanto a análise de energia dispersiva quanto análise de difração. A biocompatibilidade dos materiais foi avaliada usando um método de ensaio direto, em que a proliferação celular foi medida quantitativamente usando corante Alamar Blue e um método de ensaio indireto onde as células foram cultivadas em eluições materiais e a proliferação celular foi avaliada como recomendado pela ISSO 10993 para testes *in vitro*. A constituição química de todos os materiais testados foi similar. Estudos indiretos mostraram um aumento na atividade celular após 24 horas quando comparados ao teste de cultura controle. O contato direto das células dos cimentos resultou numa queda da viabilidade celular para todos os pontos de tempo estudados. Os autores concluíram que a adição de óxido de bismuto ao cimento Portland não interfere na sua biocompatibilidade.

Fridland e Rosado (2005) avaliaram a quantidade de massa solúvel do MTA imerso em água por um longo período de tempo, determinaram a diferença de solubilidade entre espécimes com diferentes proporções de água/pó e verificaram o pH da água em contato com os espécimes. As proporções utilizadas foram de 0,28 e 0,33 g de água para 1 g de pó. Os espécimes foram imersos em água, periodicamente removidos para pesagem, e reimersos em água fresca de acordo com a ISO 6876. Os períodos de avaliação foram de 1, 2, 5, 9, 14, 21, 30, 50 e 78 dias (cumulativos do início do estudo). Após cada período, o pH da água foi medido. Os resultados foram expressos como solubilidade diária e solubilidade cumulativa. A projeção matemática da solubilidade cumulativa para tempo infinito mostrou que o MTA pode solubilizar 22,06% na proporção 0,28, e 31,095% na proporção 0,33 da massa dos espécimes em relação ao seu peso inicial. A média de pH do MTA na proporção de 0,28 foi de 11,88 nas primeiras 24 horas e manteve-se entre 11,57 e 11,60. Na proporção de 0,33 foi de 11,95 nas primeiras 24 horas e manteve-se entre 11,65 e 11,72. Os autores afirmaram que o hidróxido de cálcio, principal substância formada pela hidratação do MTA, foi o responsável por sua solubilidade e pH elevado por longo período de tempo.

Bortoluzzi et al. (2006) avaliaram a influência de cloreto de cálcio (CaCl_2) na capacidade de selamento de três cimentos Agregado Trióxido Mineral (ProRoot MTA, MTA- Ângelus e cimento Portland Branco (WPC) foram utilizados para a obturação retrógrada. Setenta raízes unirradiculares extraídas foram instrumentadas e obturadas. As cavidades foram preparadas, preenchidas com um dos materiais e imersas em

solução de 0,2 % de Rodamina B durante 72 horas. A Infiltração de corante foi analisada com o auxílio de um micrômetro ocular. Teste de Kruskal- Wallis e testes de Miller foram utilizados para comparar os grupos: WPC + CaCl₂ , MTA- Ângelus + CaCl₂, ProRoot MTA + CaCl₂, MTA- Ângelus, ProRoot MTA e WPC. O CaCl₂ melhorou a capacidade de selamento de todos os três cimentos de MTA.

Camilleri (2006) relatou o mecanismo de hidratação do MTA branco. A constituição química de MTA branco foi estudada através da visualização do pó sob o microscópio eletrônico de varredura (MEV). A hidratação de ambos, MTA branco e cimento Portland branco (PC), foi estudada para caracterizar cimentos hidratados vistos sob o SEM, traçando razões atômicas, realização de análises quantitativas de energia dispersiva com raios-X (EDAX) e pelo cálculo da quantidade de minerais de clínquer anidro, utilizando o cálculo Bogue. O MTA foi composto por tricálcio e de silicato de cálcio e óxido de bismuto. A fase de aluminato era escassa. Na hidratação do PC branco produziu uma estrutura densa composta de hidrato de silicato de cálcio, hidróxido de cálcio, monossulfato e etringita como os principais produtos de hidratação. O MTA produziu uma estrutura de hidratação porosa. Níveis de etringita e monossulfato foram baixos. Óxido de bismuto estava presente como pó que não reagiu, mas também incorporado com o hidrato de silicato de cálcio. Concluiu-se que o MTA branco foi deficiente em alumina sugerindo que o material não foi preparado em um forno rotativo. Na hidratação isso afetou a produção de etringita e monossulfato geralmente formado em hidratação de PC. O bismuto afetou o mecanismo de hidratação do MTA e também afetou a precipitação de hidróxido de cálcio. A microestrutura do MTA hidratado seria provavelmente mais fraca quando comparada com a do PC.

Islam et al. (2006) compararam o pH, solubilidade, radiopacidade, estabilidade dimensional, tempo de presa e resistência a compressão do ProRoot MTA cinza (GMTA) e branco (WMTA), cimento Portland branco (WC), e cinza (OP). Foi utilizado um eletrodo com temperatura compensada para medir o pH a cada dois minutos do início da manipulação dos materiais. O teste do tempo de presa foi de acordo com a especificação ASTM C266-03, os demais testes seguiram a norma ISO 6876/2001. O pH dos cimentos Portland foram maiores do que os MTAs. O WMTA apresentou a maior radiopacidade (6,74mm Al) e o OP a menor (0,93mm Al). O WC e o WMTA apresentaram tempo de presa significativamente menores quando comparados com os outros grupos. O WMTA demonstrou menor solubilidade, em contrapartida apresentou

a menor estabilidade dimensional. Em relação ao teste de resistência à compressão, o GMTA e WMTA obtiveram os maiores resultados. Dessa forma, com o aprimoramento do tempo de presa, resistência à compressão e radiopacidade do cimento Portland, o mesmo pode ser utilizado como cimento retro-obturador e inclusive como material restaurador provisório.

Kogan et al. (2006) identificaram os tipos e quantidades de aditivos no MTA para melhorar suas propriedades. Os aditivos testados incluíram soro, 2% de lidocaína, 3,0% NaOCl gel, gel gluconato de clorexidina, 3% e 5% de CaCl₂. Os tempos de presa foram avaliados usando um aparelho de Vicat. A resistência à compressão dos materiais foi avaliada por uma máquina Instron. O NaOCl e 5% de CaCl₂ diminuíram o tempo de presa de 20 a 25 minutos. A resistência à compressão dos materiais foi significativamente menor do que MTA misturado com água (p 0,05). O MTA misturado com NaOCl gel demonstrou boas propriedades de trabalho e melhorou o tempo de presa. Esta combinação pode ser uma opção viável em procedimentos, onde a resistência à compressão do material não é uma questão crítica.

Carvalho-Junior et al. (2007) propuseram um estudo sobre as menores dimensões para as amostras utilizadas na solubilidade e testes de alteração dimensional para os materiais retroobturadores. Foram determinados o volume, massa e densidades das amostras, sendo 6 diferentes amostras para cada teste. Foram utilizados Endofill e AH Plus. Para o teste de solubilidade 2 amostras foram pesadas, secas, armazenadas em água destilada e deionizada por 24 horas, e secas novamente. Para a análise de alterações dimensionais, as alturas das amostras foram medidas antes e depois da imersão em água deionizada por 30 dias. O teste de Kruskal-Wallis mostrou que o Endofill teve maiores valores de solubilidade quando comparado ao AH Plus. O cimento Endofill apresentou 0.56% de contração e o cimento AH Plus 0.62% de expansão. Menores dimensões para as amostras de teste utilizados na solubilidade e testes de variação dimensional foram uma alternativa viável, diminuindo a quantidade de material de preenchimento necessária para a execução de tais ensaios.

Coomaraswamy et al. (2007) investigaram a resistência à compressão, densidade e porosidade de diferentes concentrações do agente radiopacificador óxido de bismuto (Bi₂O₃) no cimento Portland, comparando-as com o MTA. Foram confeccionados sete corpos de prova dos grupos contendo cimento Portland sem adição

e com adição de 20%, 30%, 40% de óxido de bismuto, e MTA. Para o teste de resistência à compressão, os corpos de prova foram umedecidos e levados à máquina universal de ensaios. A densidade e porosidade foram avaliadas após o uso do picnômetro de Hélio e uma fórmula matemática. O cimento Portland sem acréscimo de Bi_2O_3 apresentou resultado de resistência a compressão de 82 MPa, diminuindo para 40 MPa com o acréscimo de 10% do agente, e dessa forma, diminuiu gradativamente nos outros grupos. O MTA revelou uma resistência de 33 MPa. Houve um aumento na densidade e porosidade dos materiais com acréscimo de Bi_2O_3 com diferenças significativas em todos os grupos. Este estudo demonstrou que a adição do Bi_2O_3 causa defeitos na matriz do cimento Portland, diminuindo suas propriedades de resistência, porosidade e conseqüentemente solubilidade, alterando a longevidade do material.

Min et al. (2007) avaliaram o efeito citotóxico do cimento Portland com óxido de bismuto através da detecção da presença de óxido nítrico (NO) pelas células pulpares humanas. Foram manipulados dois grupos: Cimento Portland (CP) e Cimento Portland com óxido de bismuto (BPC). Ambos foram anexados em membranas porosas e fixados em uma cultura de células pulpares humanas. Os grupos ficaram em contato com as células pulpares durante 72 horas. Após esse período a concentração de nitrito foi detectado pela técnica de Griess como indicador da produção de NO. O RNA celular foi extraído e transcrito em RNA mensageiro (RNAm), expondo as regiões da produção da enzima H0-1, responsável pela proteção celular e antiapoptose, estimulada pelo NO. Concluiu-se que a citotoxicidade do BPC foi maior do que o CP, pois aumenta os níveis de nitrito e expressão do RNAm nas regiões de produção de H0-1, principalmente nos períodos de 12 horas e 24 horas, reduzindo sua ação tóxica com o passar do tempo.

Oliveira et al. (2007) realizaram uma análise comparativa *in vitro* dos componentes de um cimento Portland (Votoran[®]; São Paulo, SP, Brasil) e duas marcas comerciais de MTA (ProRootTM MTA; Dentsply/Tulsa Dental, Tulsa, OK, EUA) e MTA-Ângelus[®] (Ângelus Indústria de Produtos Odontológicos Ltda., Londrina, PR, Brasil). Para isso utilizaram a microscopia eletrônica de varredura com espectroscopia de energia dispersiva (EDS). Foram fabricados 12 espécimes em forma de disco com 5 mm de diâmetro por 1 mm de altura para cada grupo, totalizando 36 amostras. Os espécimes foram submetidos ao MEV para análise por EDS. As medições foram feitas aleatoriamente em três locais diferentes de cada espécime. As médias dos elementos químicos encontrados em cada material foram comparadas pela estatística descritiva. No

estudo, Pro-Root MTA apresentou os maiores percentuais de bismuto (9,2% em média). O cimento Portland e as duas marcas comerciais distintas de MTA apresentaram formulações químicas semelhantes, com exceção do bismuto, presente apenas nos MTAs.

Camilleri (2008) investigou as propriedades físicas do cimento Portland, utilizando no estudo: cimento Portland branco (Grupo I), clínquer de cimento Portland sem gesso (Grupo II) e clínquer de cimento Portland e óxido de bismuto em proporção 4:1(Grupo III). O tempo de presa do cimento Portland, de ambos os cimentos foi determinada utilizando o aparelho Vicat (ELE International, Leighton Buzzard, UK). Os testes foram realizados de acordo com a norma EN 196-3 (British Instituição Standard 1995). O teste de resistência foi realizada após 1, 7 e 28 dias, utilizando uma máquina universal de ensaios com uma velocidade de cruzeta de 1 milímetro/min. O pH dos cimentos foi determinado por um período de 28 dias usando um medidor de pH. Determinações de pH foram feitas em 1 e 5 horas e 1 dia após a mistura antes da remoção dos moldes. Os resultados foram analisados por dados estatísticos e, em relação ao tempo de presa, o cimento Portland teve um tempo de endurecimento prolongado ao passar de horas. Já no teste de resistência, o grupo III teve baixa resistência em todos os intervalos de tempo quando em comparação com ambos cimentos Portland. Na determinação do pH, todos os cimentos foram alcalinos com pHs variando entre 10 e 11. Depois houve uma queda no pH, na primeira hora, após 5 horas e 1 dia. Não houve diferença estatística significativa entre o pH dos materiais em 1 e 5 horas e em 7 e 28 dias. Em 1 dia, houve uma diferença de pH entre os materiais ($p < 0,05$). Após 1 semana, as soluções foram alcalinas com valores de pH no intervalo de 12. O autor concluiu que o tempo de presa do cimento Portland pode ser reduzido excluindo o gesso durante a última fase do processo de fabricação, sem afetar outras propriedades.

Ibarrola et al. (2008) descreveram um relato de caso de uma grande perfuração de furca em um primeiro molar superior. Embora a maioria do assoalho pulpar estava destruída e a raiz mesiovestibular danificada, foi realizada uma tentativa de reparar o defeito e restaurar o dente. Uma matriz de gelatina esponjosa absorvível foi colocada e o defeito foi reparado com MTA cinza. Subsequentemente, o tratamento endodôntico foi completado, o dente foi restaurado e mais tarde utilizado como um pilar de prótese parcial fixa. Cinquenta e cinco meses após o tratamento não mostrou nenhuma

evidência de destruição periodontal, sem sintomas e cura completa de todas as lesões perirradiculares.

Bortoluzzi et al. (2009) avaliaram a influência da adição de CaCl_2 em relação ao tempo de presa, solubilidade, desintegração e pH do MTA (WMTA) e cimento Portland branco com radiopacificador. Para o tempo de presa, três anéis de aço inoxidável foram fabricados para cada tipo de cimento, com um diâmetro interno de 10 mm e espessura de 2 mm, que foram preenchidos com os diferentes cimentos. A 120 ± 10 segundos após o início da mistura, o conjunto foi colocado num frasco de plástico bem selado e armazenado em estufa a 37°C e 95% de umidade relativa. A 150 ± 10 segundos após o início da mistura, uma agulha de Gilmore de $100 \pm 0,5$ g e ponta ativa de $2,0 \pm 0,1$ mm de diâmetro foi colocado verticalmente na superfície do cimento. Este procedimento foi repetido em intervalos de 60 segundos. O tempo de endurecimento inicial do cimento foi considerado como o momento entre o início da mistura e o momento em que as marcas de agulhas não puderam ser observadas na superfície do cimento. Quanto ao tempo final, uma agulha Gilmore de $456 \pm 0,5$ g e ponta ativa de $1,0 \pm 0,1$ -mm de diâmetro foi utilizada como descrito anteriormente. Os testes de solubilidade e desintegração foram feitos em 72 horas e 7, 14 e 28 dias. A solubilidade e desintegração dos cimentos corresponderam a perda de peso de cada amostra, expressa como percentagem de peso perdido em comparação com o peso original. A comparação de cimentos em cada período foi realizada pelos testes de Kruskal - Wallis e Miller para a comparação de cimentos com e sem CaCl_2 . Para o pH foram medidos em 24 e 72 horas e 7, 14 e 28 dias, as medições foram realizadas com um medidor de pH (modelo PM 608; Analion, Ribeirão Preto, SP, Brasil) calibrado com uma solução tampão (pH 7,0) e a temperatura constante (25°C). Concluiu-se que a adição de 10% de CaCl_2 WMTA e WPC com um radiopacificador reduziu o tempo de presa e solubilidade de ambos; não promoveram a desintegração, e aumentou significativamente o pH do WMTA no período imediato, após 24 horas e após 72 horas, e de WPC no período imediato e após 24 horas.

Camilleri (2010) investigou o mecanismo de hidratação do cimento de silicato de cálcio, com diferentes radiopacificadores. Os materiais selecionados incluíram o MTA, o cimento de silicato de cálcio (CEM tipo I) puro e com a adição de 25% dos agentes radiopacificadores: sulfato de bário, pó de ouro, prata com liga de estanho. Os materiais aviados foram incluídos em resina epóxi após trinta dias, sendo analisados em

microscopia eletrônica de varredura. Os produtos lixiviados pela hidratação dos materiais obtidos após 28 dias em água e 7 dias em solução alcalina foram analisados para verificar a ocorrência de formação de metais pesados. O cimento de silicato, quando hidratado, era composto de silicato de cálcio, hidróxido de cálcio, etringita, monossulfatos e pequenas quantidades de grãos não hidratados. Não foi detectada a formação de metais pesados, exceto a presença do óxido de bismuto no MTA. O cálcio foi lixiviado em grandes concentrações em todos os grupos, reduzindo com o tempo. O bário e o bismuto foram lixiviados em quantidades crescentes. O cobre foi o mais solúvel em meio alcalino seguido do bismuto. Os materiais testados não afetaram o mecanismo de hidratação do cimento e podem substituir o óxido de bismuto, porém, outros testes físicos deveriam ser aplicados para suas utilizações em cimentos endodônticos.

Nekoofar et al. (2010) investigaram os efeitos da contaminação por sangue na resistência à compressão e microestrutura da superfície do agregado trióxido mineral (MTA). Os materiais investigados foram ProRoot MTA cinza e ProRoot MTA branco. Três grupos de 10 moldes cilíndricos (dimensões internas $6 \pm 0,1$ mm de comprimento e $4 \pm 0,1$ mm de diâmetro) foram preenchidos com MTA branco. No grupo controle, o MTA foi misturado a água e exposto a solução aquosa. No grupo II, MTA foi misturado com água e expostos a sangue humano. No grupo III, o MTA foi misturado com sangue humano fresco. Os 3 grupos foram repetidos usando MTA cinza, criando um total de 60 amostras. Para o teste de resistência à compressão, a microestrutura da superfície do espécime de cada grupo foi examinada pela microscopia eletrônica de varredura. Os resultados independentemente do tipo de MTA, para o teste de compressão de ambos os grupos experimentais, que estiveram em contato com sangue, foram significativamente menor do que a do grupo controle ($p < 0,0001$). Em grupos experimentais onde o MTA foi misturado com água e exposto ao sangue, verificou-se uma diferença significativa ($P < 0,0001$) na resistência à compressão entre MTA branco ($30,37 \pm 10,16$ MPa) e MTA cinza ($13,92 \pm 3,80$ MPa). Concluíram que quando o sangue torna-se incorporado em MTA, a sua resistência à compressão é reduzida. Em situações clínicas em que o sangue torna-se misturado com MTA, as suas propriedades físicas estão propensas a serem comprometidas.

Massi et al. (2011) relataram o tempo de presa, pH e liberação de íons cálcio de um MTA experimental comparado com cimentos comerciais. O estudo selecionou os

MTAs; cimento Portland com óxido de zircônio como agente radiopacificador produzido na Universidade Estadual Paulista (UNESP), MTA branco, cimento Portland branco e o AH Plus. O tempo de presa foi realizado com seis corpos de prova por grupo, de acordo com ADA #57. Após 3 horas, 6, 12, 24 e 48 horas; 7, 14 e 21 dias as soluções foram avaliadas por um pHmêtro digital, espectrofotômetro de absorção atômica e lâmpada de cátodo oco de cálcio, ressaltando a troca de água nesses períodos. Os MTAs apresentaram maior pH e liberação de cálcio, exceto nos períodos de 14 dias e 48 horas respectivamente. O tempo de presa do cimento experimental foi semelhante ao do AH Plus.

Duarte et al. (2012) avaliaram o pH, liberação de íons cálcio, tempo de presa e solubilidade. Para a metodologia os autores dividiram em grupo I WPC (Votoran, Cubatão, SP, Brasil), grupo II, WPC com BO (Merck & Co, Whitehouse Station, NJ), grupo III, WPC com ZO (Merck & Co), grupo IV, WPC com CT (Merck & Co) e grupo V, WMTA (Ângelus, Londrina, PR, Brasil). Uma proporção de 20% de radiopacificadores e 80% em peso de WPC foi utilizada para a análise. Os agentes radiopacificadores e PCs foram moídos e peneirados até que partículas de aproximadamente 0,062 mm de diâmetro fossem obtidas para se obter um tamanho de partícula uniforme. Os materiais foram misturados numa proporção de 1 g de pó de cimento para cada 0,3 mL de líquido (água destilada). Para análise de pH e liberação de cálcio, as cavidades foram preenchidas com materiais preparados. Após 3 horas, os dentes foram transferidos para novos frascos com uma quantidade igual de água ultrapura. Este processo foi repetido após 24, 72 e 168 horas, mantendo os dentes a 37°C durante todo o experimento. Após a remoção das amostras, os frascos de vidro foram agitados por 5 segundos e as soluções foram analisadas por meio de um medidor de pH (Quimis). Após a leitura de pH, a quantidade de íons de cálcio presentes na solução foi medida por meio de um espectrofotômetro de absorção atômica. Para medição do tempo de presa, uma agulha Gilmore foi cuidadosamente baixada na vertical sobre a superfície horizontal de cada espécime. A sondagem foi repetida em intervalos de 60 segundos. O tempo inicial de endurecimento do cimento foi considerado como o tempo entre o início da mistura e o momento em que os entalhes deixaram de ser visíveis. A agulha de Gilmore com uma massa de 456,5 g foi utilizada para o ajuste definitivo de determinação do tempo. A média de três repetições foram consideradas como os tempos de presa inicial e final. Para a solubilidade, quinze

exemplares foram fabricados (3 para cada material) usando um molde cilíndrico de politetrafluoretileno com diâmetro interno de 20 mm e espessura de 1,5 mm com cimento misturado. Todos os materiais avaliados neste estudo liberaram íons de cálcio e todos os materiais promoveram um pH alcalino, com exceção de WPC / CT em 168 horas. Com base nos resultados obtidos, ZO e CT podem ser considerados agentes radiopacificadores potenciais para serem usados em combinação com o PC.

Tanomaru-Filho et al. (2012) avaliaram a resistência à compressão e o tempo de presa do Cimento Portland (CP), adicionado a diferentes radiopacificadores. Foram testados o MTA branco (Ângelus, Londrina, PR, Brasil), CP puro e com acréscimo de 20% dos seguintes agentes: óxido de bismuto (BO), óxido de zircônio (OZ), tungstato de cálcio (CT) e carbonato de estrôncio (SC). Produziu-se seis corpos de prova para cada grupo, referente aos testes propostos. O teste de resistência à compressão utilizou a máquina universal de ensaios com velocidade de 0,5 mm/min e 5KN. O teste de tempo de presa seguiu a especificação número 57 da ADA e ASTM C266-03. Após vinte e um dias os materiais testados apresentaram resultados semelhantes para a resistência à compressão, exceto CP+BO que apresentou o menor valor de resistência à compressão. O MTA apresentou o maior tempo de presa, CP e CP+CT obtiveram valores significativamente menores. Assim, os materiais radiopacificadores testados podem ser substitutos do BO no MTA, porém o comportamento físico-químico do CP com os agentes testados devem ser amplamente avaliados antes da sua aplicação clínica.

Ballester-Palacios et al. (2013) investigaram e compararam a superfície e rugosidade do cimento Portland (PC), antes e depois do tratamento com diferentes soluções irrigadoras comumente utilizadas na endodontia. As amostras foram imersas em recipientes de vidro que continham as diferentes soluções irrigantes: hipoclorito de sódio a 5%, ácido cítrico a 10% e 20% e EDTA a 17%. Todas as amostras foram expostas durante um minuto às soluções. As amostras foram deixadas secar por 48 horas e, em seguida, foram examinadas através de interferômetro, que registrava a rugosidade da superfície e o perfil de duas áreas diferentes de cada amostra. Com base na metodologia utilizada e os resultados obtidos no estudo, pode-se concluir que a imersão de MTA em hipoclorito de sódio a 5% durante um minuto diminuiu significativamente a rugosidade da superfície de PC. Em contraste, o ácido cítrico a 20% aplicado do mesmo modo aumentou significativamente a rugosidade, enquanto

uma solução de ácido cítrico a 10%, não alcançou diferença estatística. O EDTA a uma concentração de 17% não modificou a rugosidade da superfície de cimento Portland.

Bramante et al. (2013) avaliaram a biocompatibilidade e o tempo de endurecimento do clínquer de cimento Portland com ou sem 2 % ou 5 % de sulfato de cálcio e do MTA - CPM . Vinte e quatro ratos receberam clínquer de cimento Portland, com ou sem 2 % ou 5 % de sulfato de cálcio e do MTA. Depois de 15, 30 e 60 dias de implantação, os animais foram sacrificados e os espécimes foram preparados para análise microscópica. Para a avaliação do tempo de presa, cada material foi analisado utilizando a agulha de Gilmore. Os dados foram analisados por ANOVA e Tukey para o tempo de presa e Kruskal-Wallis e Dunn para a biocompatibilidade com 5% de nível de significância. Não foram notadas alterações histológicas nem diferença estatística para a biocompatibilidade entre os materiais. Para o tempo de presa, o clínquer sem sulfato de cálcio mostrou menor tempo inicial e final, seguidos por clínquer com 2% e 5% de sulfato de cálcio e MTA. Todos os materiais testados mostraram biocompatibilidade e a ausência de sulfato de cálcio mostrou menores valores de tempo de presa inicial e final.

Ioannidis et al. (2013) avaliaram as alterações de cor dos dentes, sendo utilizados MTA cinza e branco. O grupo I utilizou MTA branco, grupo II MTA cinza e grupo III controle. Durante o período experimental, as amostras ficaram imersas em frascos contendo água destilada. Linhas de refletância foram gravadas, utilizando um espectrofotômetro de UV equipado com uma esfera de integração visual espectro, na linha de base, de 1 semana e 1, 2 e 3 meses após a colocação dos materiais. Os dados foram transformados em valores sistema de cor * e os valores correspondentes foram calculados. Os resultados foram analisados por meio de ANOVA ao passo que comparações de pares foram conduzidas com o método de Bonferroni em $p < 0,05$ nível de significância. A mudança de cor foi maior com MTA cinza. MTA cinza levou a descoloração clinicamente perceptível da coroa após 1 mês. Os autores concluíram que a aplicação de ambas as formulações de MTA induziu uma diminuição da luz. Os achados sugerem que a aplicação de MTA cinza na zona de estética deve ser evitada, enquanto MTA branco deve ser usado com cautela quando preencher as câmaras com os materiais.

Jang et al. (2013) avaliaram a descoloração dental após o uso do MTA. Trinta e dois dentes foram tratados endodonticamente, divididos em 4 grupos contendo 8 dentes

de cada. Os materiais utilizados foram MTA ProRoot, MTA Ângelus e Endocem. Após 24 horas do acesso cavitário os dentes foram restaurados e gravados a sua coloração por 1, 2, 4, 8 e 12 semanas. Após 12 semanas o material foi removido. Os grupos de ProRoot e Ângelus exibiram um aumento na descoloração após 12 semanas. O Endocem não mostrou resultados estatísticos significativos

Subay et al. (2013) relataram casos de pulpotomia com MTA cinza (ProoRoot MTA; Dentsply Tulsa Dental, Tulsa, OK, USA), realizados entre os anos de 2005 e 2006 na Universidade de Istambul. Quatro pacientes entre oito e dez anos de idade apresentaram fraturas coronárias severas. Cinco incisivos permanentes superiores e um molar inferior responderam positivamente ao teste elétrico de sensibilidade pulpar. Apenas o molar inferior teve exposição pulpar mecânica. Todos os elementos foram submetidos à pulpotomia com MTA. Após seis anos os pacientes foram reavaliados, sendo diagnosticados radiograficamente quatro casos de formação de ponte dentinária com polpa clinicamente sadia. Os dentes tratados mostraram descoloração da coroa. Assim o MTA pode ser usado como material alternativo em pulpotomia de dentes com rizogênese incompleta, porém a descoloração da coroa é uma complicação clínica.

Vallés et al. (2013) avaliaram a estabilidade de cor de cinco cimentos a base de silicato. Utilizaram quinze amostras de cada grupo contendo o ProoRoot WMTA, Ângelus WMTA, cimento Portland branco (PC) puro e com a adição de óxido de bismuto, além do Biodentine, aos quais foram expostos a diferentes condições de luz e oxigênio. Foram analisados por espectrofotometria após 120 segundos e 5 dias de tratamento. Os materiais não irradiados, assim como, os que ficaram em contato com oxigênio mantiveram estabilidade de cor após o período experimental. Porém, os grupos irradiados e que continham oxigênio, sofreram alterações de cor, principalmente o cimento Portland com óxido de bismuto e os agregados trióxidos minerais. Os autores concluíram que o Biodentine e o cimento Portland puro demonstraram maior estabilidade de cor em um ambiente anaeróbio e aquecido similar às condições clínicas.

3 OBJETIVOS

Objetivo geral

Avaliar as propriedades físicas de dois agregados trióxidos minerais de presa rápida e de um grupo controle.

Objetivo específico

Avaliar o tempo de presa, solubilidade, pH do meio de armazenagem, microdureza e resistência à compressão de dois agregados trióxidos minerais de presa rápida e de um grupo controle.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

Para a realização dos testes foram criados três grupos experimentais, de acordo com a composição dos materiais a serem estudados. Os cimentos experimentais foram manipulados no laboratório de pesquisa multiusuário da Faculdade de Odontologia “Albino Coimbra Filho”, da Universidade Federal de Mato Grosso do Sul (FAODO/UFMS).

O Grupo I foi constituído de uma formulação de cimento semelhante ao MTA (ProRoot Gray, Dentsply Tulsa Dental Specialties, Tulsa, OK, EUA), contendo 75% de clínquer de cimento Portland, 20% de óxido de bismuto e 5% de sulfato de cálcio dihidratado, que no momento da manipulação recebia água destilada e deionizada na proporção pó/líquido de 3:1 (Torabinejad et al., 1993; Torabinejad et al., 1995), com o auxílio de uma micropipeta monocanal.

O Grupo II foi composto por uma mistura contendo 80% de clínquer de cimento Portland com partículas menores que 10 µm e 20% de óxido de bismuto (Vetec Química Fina, Duque de Caxias, RJ, Brasil), que no momento da manipulação recebia água destilada e deionizada na proporção pó/líquido de 3:1 (Torabinejad et al., 1993; Torabinejad et al., 1995), com o auxílio de uma micropipeta monocanal. A seleção de partículas menores que 10 µm foi realizada com a peneiragem do clínquer em tamizes de diâmetro decrescente (mesh) e peneiras de separação celular de malha com abertura de 10 µm (Cellmicrosieves[®], BioDesign Inc., Nova York, EUA).

O Grupo III (FaSe MTA) foi composto por 79% de clínquer de cimento Portland com partículas menores que 10 µm, 20% óxido de zircônio (Tanomaru-Filho, et al., 2012) e 1% de sílica nanoparticulada. A seleção do tamanho das partículas foi realizada da mesma forma que o grupo II. No momento da manipulação, este cimento foi misturado com uma solução aquosa de cloreto de cálcio a 10% e adição de 1% de fluidificante para concreto (Sika Viscocrete 20HE, Sika, Osasco, SP, Brasil).

Após a manipulação dos pós dos diferentes cimentos, foram realizados os diversos ensaios físicos, abaixo elencados.

4.1 Tempo de Presa

Os cimentos foram manipulados, colocados em anéis de alumínio com 2 mm de altura e 10 mm de diâmetro e dispostos sobre uma placa de vidro. Utilizou-se uma agulha de Gilmore com ¼ de libra (113,4 gramas), que foi colocada sobre o cimento a cada minuto até que a marcação ficasse em forma de meia-lua e não mais na forma da agulha, indicando a presa inicial do material. Entre as medições, as amostras foram mantidas em uma câmara com 100% de umidade e à temperatura ambiente (25° C). Foram confeccionados dez corpos-de-prova para cada grupo, sendo registrado o tempo de presa de cada um deles. Os resultados foram submetidos à análise estatística paramétrica (one-way ANOVA), complementada com teste de Tukey ($\alpha=0,05$).

4.2 Solubilidade

De acordo com a metodologia proposta por Carvalho-Junior et al. (2007), foram preparados 30 moldes cilíndricos de teflon medindo 7,75 mm de diâmetro interno por 1,5 mm de altura, e cada disco foi preenchido com os materiais recém-manipulados, juntamente com um fio de nylon de 0,1mm de diâmetro (Sumax, Alemanha) preso no interior do cimento. Duas placas de vidro recobertas com papel celofane foram utilizadas como suporte para as regiões superiores e inferiores dos discos preenchidos. Os conjuntos dos materiais suportados pelas placas de vidro foram armazenados em ambiente com 100% de umidade relativa do ar a 37°C durante 96 horas para completa presa do material. Após este período, as amostras foram removidas dos moldes, secas em estufa a 37°C por uma hora, pesadas em uma balança de precisão semi-analítica (Ohaus Corp. Pine Brook, NJ, USA) e transferidas para frascos individuais contendo 7,5 ml de água destilada e deionizada, aos quais se mantiveram suspensos pelo fio de nylon sem que encostassem nas paredes internas do recipiente, mantidos hermeticamente fechados e a 37°C. Vinte e quatro horas depois do acondicionamento em água, os discos foram removidos, secos em estufa a 37°C por uma hora e pesados novamente em uma balança semi-analítica. O processo foi repetido após 48 e 72 horas, 7, 14 e 28 dias.

Os resultados foram registrados e submetidos à análise estatística paramétrica (two-way ANOVA), complementada por teste de Bonferroni ($\alpha=0,05$).

4.3 pH

O pH da água na qual as amostras ficaram imersas no teste anterior ($n = 30$) foi medido após 24, 48 e 72 horas, 7, 14 e 28 dias. As medições foram realizadas por meio de um pHmetro (Pocket pH tester, Hanna Instruments, Inc., USA) calibrado de acordo com uma solução tampão (pH 7,0) e à temperatura ambiente. Como padrão para aferição utilizou-se o pH da água destilada, sendo igual a 7,2.

Os valores de pH dos grupos foram comparados pelo teste de análise de variâncias (ANOVA), complementado pelo teste de Tukey.

4.4 Microdureza Vickers (MV)

Após a manipulação, realizada da mesma forma que no experimento anterior, o material foi colocado em moldes circulares de resina acrílica com 4 mm de diâmetro e 6 mm de altura, sendo produzidas 15 amostras de cada grupo testado. Os corpos-de-prova foram levados para uma câmara com 100% de umidade a 37°C durante 96 horas. Findo este período, as amostras foram polidas com lixas d'água de granulação 600 e 1200 (3M do Brasil, Sumaré, SP, Brasil). Para a medição da microdureza, a superfície de cimento polido foi levada ao microdurômetro (Shimadzu HVM-2, Kyoto, Japão), onde o penetrador de diamante fez uma indentação (mossa) em forma de losango sobre a superfície da amostra utilizando uma carga de 50g durante 30s, conforme realizado por Nekoofar et al., (2007). O valor de microdureza Vickers de cada amostra foi obtido pela média de cinco leituras distintas. Os resultados obtidos, expressos em Vickers Hardness Number (VHN), foram submetidos à análise estatística paramétrica (ANOVA), complementada por teste de Tukey ($\alpha=0,05$).

4.5 Resistência à compressão

Após a manipulação, o material foi colocado em moldes circulares de politetrafluoretileno com 4 mm de diâmetro e 6 mm de altura e armazenados em ambiente com 100% de umidade relativa do ar a 37°C durante 96 horas. Doze amostras de cada grupo foram confeccionadas desta maneira. Findo este período, as amostras

foram polidas com lixas d'água de granulação 600 e 1200 (3M do Brasil, Sumaré, SP, Brasil) e sacadas do molde com auxílio de um balancim. Os corpos-de-prova foram submetidos à compressão em uma máquina universal de ensaios (Modelo K-2000MP, Dinamômetros Kratos Ltda., São Paulo, Brasil) dotada de célula de carga de 1000 N, com velocidade da cruzeta de 1 mm/min, até a ruptura dos mesmos (NEKOOOFAR et al., 2010). Os resultados, em MPa, foram submetidos à análise estatística paramétrica (ANOVA), complementada por teste de Tukey ($\alpha=0,05$).

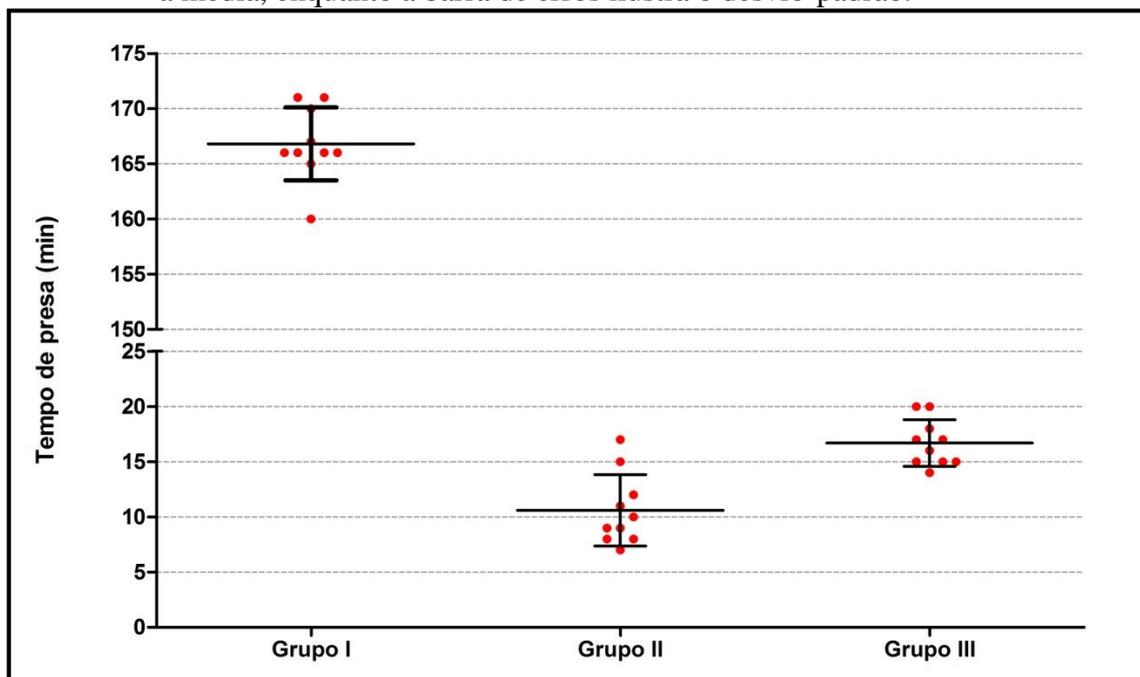
5 RESULTADOS

5.1 Tempo de presa

Os resultados do tempo de presa inicial revelaram que o grupo II levou $10,6 \pm 3,2$ minutos para o endurecimento, seguido pelo grupo III ($16,7 \pm 2,1$) e pelo grupo I $166,8 \pm 3,3$.

A análise das amostras revelou tratar-se de uma distribuição normal (teste de D'Agostino e Pearson, $p > 0,05$) e homoscedástica (teste de Bartlett, $p = 0,380$), o que autorizava o uso de um teste estatístico paramétrico. A análise de variância revelou diferenças significantes entre os grupos ($p < 0,001$), enquanto o pós-teste de Tukey mostrou que todos os grupos eram distintos entre si. O Gráfico 1 ilustra estes achados.

Gráfico 1 - Tempo de presa inicial, expresso em minutos. A barra horizontal representa a média, enquanto a barra de erros ilustra o desvio-padrão.



5.2 Solubilidade

A análise descritiva dos resultados do teste de solubilidade, expressos em porcentagem de variação de massa, é apresentada na Tabela 1.

Tabela 1 - Variação de massa dos cimentos testados, expressa em porcentagem, após diferentes tempos.

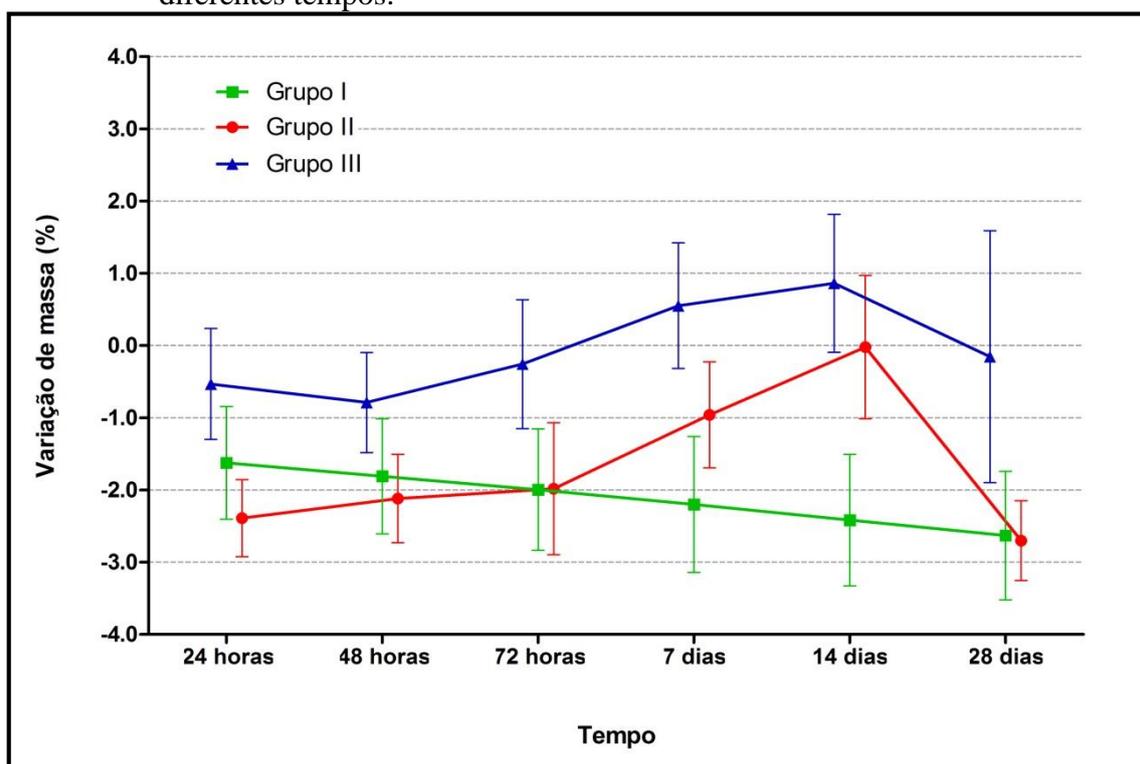
Tempo	Grupo I	Grupo II	Grupo III
24 horas	-1,6 ± 0,7	-2,3 ± 0,5	-0,5 ± 0,7
48 horas	-1,8 ± 0,7	-2,1 ± 0,6	-0,7 ± 0,6
72 horas	-1,9 ± 0,8	-1,9 ± 0,9	-0,2 ± 0,8
7 dias	-2,2 ± 0,9	-0,9 ± 0,7	0,5 ± 0,8
14 dias	-2,4 ± 0,9	-0,0 ± 0,9	0,8 ± 0,9
28 dias	-2,6 ± 0,8	-2,7 ± 0,5	-0,1 ± 1,7

A análise de variância com dois fatores (two-way ANOVA) revelou diferenças significantes tanto entre os grupos ($p < 0,001$) como entre os tempos experimentais ($p < 0,001$).

O pós-teste de Bonferroni mostrou que os Grupos I e II apresentam solubilidade semelhante em até 72 horas de imersão em água destilada. Após este período, ocorre um ganho de massa significativo no Grupo II ($p < 0,001$), sendo que após 28 dias esta variação é reduzida e os valores voltam a ser semelhantes ao Grupo I ($p > 0,05$). Após 48 horas, as diferenças de perda de massa dos Grupos I e III tornam-se significativas ($p < 0,001$). Os Grupos II e III, quando comparados, mostraram diferenças significantes para todos os tempos estudados ($p < 0,001$), com exceção de 14 dias ($p > 0,05$).

O Grupo III, após 28 dias, apresentou variação desprezível de massa em relação aos valores iniciais (teste “t” de Student, $p = 0,786$), o que não ocorreu com os outros grupos ($p < 0,001$).

Gráfico 2 - Variação de massa dos cimentos testados, expressa em porcentagem, após diferentes tempos.



5.3 pH

A análise descritiva dos resultados do teste de variação de pH em função do tempo é apresentada na Tabela 2.

Tabela 2 - Variação de pH dos cimentos testados, após diferentes tempos.

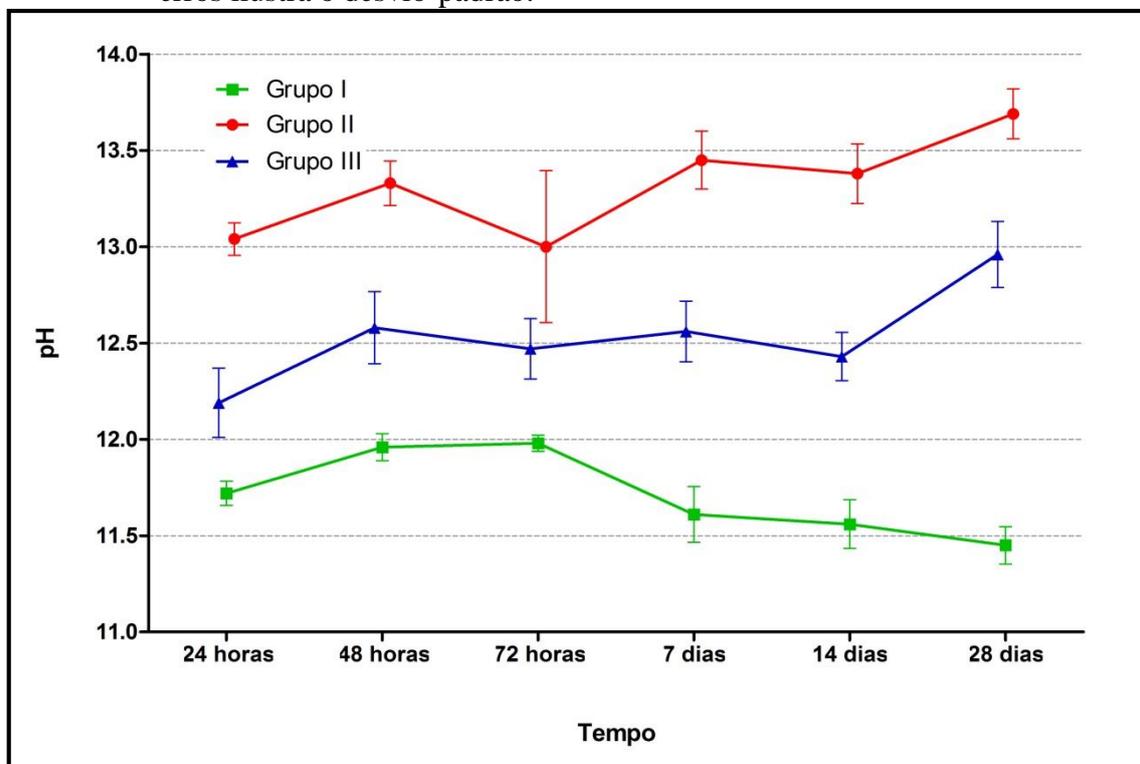
Tempo	Grupo I	Grupo II	Grupo III
24 horas	11,72 ± 0,06	13,04 ± 0,08	12,19 ± 0,18
48 horas	11,96 ± 0,07	13,33 ± 0,12	12,58 ± 0,19
72 horas	11,98 ± 0,04	13,00 ± 0,39	12,47 ± 0,16
7 dias	11,61 ± 0,14	13,45 ± 0,15	12,56 ± 0,16
14 dias	11,56 ± 0,13	13,38 ± 0,15	12,43 ± 0,13
28 dias	11,45 ± 0,10	13,69 ± 0,13	12,96 ± 0,17

A análise de variância com dois fatores revelou diferenças significantes tanto entre os grupos ($p < 0,001$) como entre os tempos experimentais ($p < 0,001$).

O pós-teste de Bonferroni mostrou que o Grupo I apresenta os menores valores de pH entre os cimentos estudados, com uma queda nestes valores de pH após 7 dias, o que não acontece com os Grupos II e III ($p < 0,001$). O Grupo II apresenta os maiores

valores de pH, enquanto o Grupo III apresentou valores intermediários. O Gráfico 3 apresenta estes resultados.

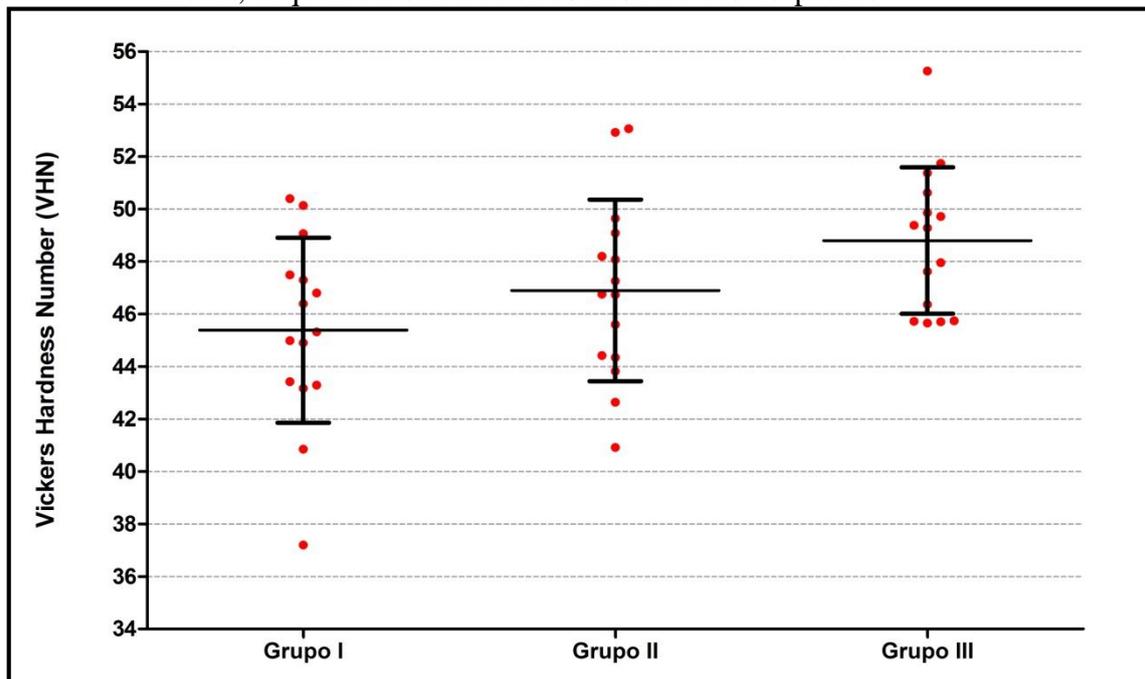
Gráfico 3 - pH do meio onde os diferentes cimentos ficaram armazenados. A barra de erros ilustra o desvio-padrão.



5.4 Microdureza

A análise dos resultados de microdureza revelou tratar-se de uma distribuição normal (teste de D'Agostino e Pearson, $p > 0,05$) e homoscedástica (teste de Bartlett, $p = 0,852$), o que autorizava o uso de um teste estatístico paramétrico. A análise de variância revelou diferenças significantes entre os grupos ($p = 0,024$), enquanto o pós-teste de Tukey mostrou que estas diferenças eram entre os Grupos I e III ($45,38 \pm 3,52$ VHN e $48,80 \pm 2,79$ VHN, respectivamente). O Grupo II apresentava valores intermediários ($46,90 \pm 3,46$ VHN), sem diferenças significantes entre os outros grupos ($p > 0,05$). O Gráfico 4 ilustra estes achados.

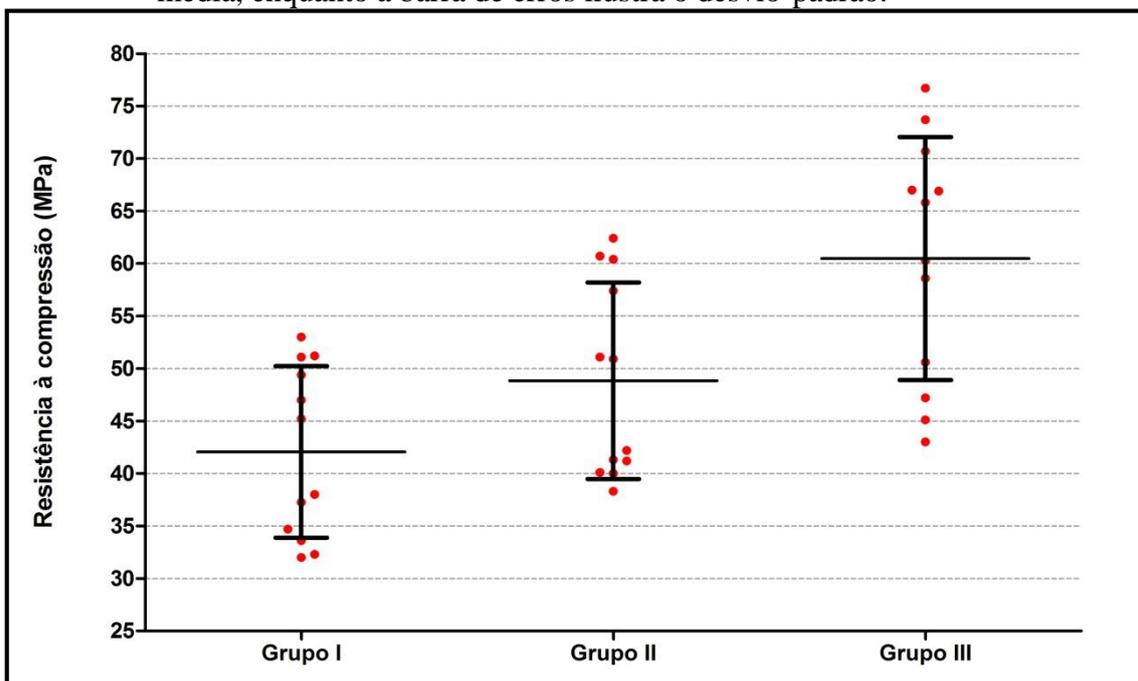
Gráfico 4 - Microdureza superficial, expressa em VHN. A barra horizontal representa a média, enquanto a barra de erros ilustra o desvio-padrão.



5.5 Compressão

A análise dos resultados de resistência à compressão revelou tratar-se de uma distribuição normal (teste de D'Agostino e Pearson, $p > 0,05$) e homoscedástica (teste de Bartlett, $p = 0,517$), o que autorizava o uso de um teste estatístico paramétrico. A análise de variância revelou diferenças significantes entre os grupos ($p < 0,001$), enquanto o pós-teste de Tukey mostrou que estas diferenças eram entre o Grupo III ($60,47 \pm 11,48$ MPa) e os grupos I e II, que foram semelhantes entre si ($42,06 \pm 8,17$ MPa e $48,83 \pm 9,37$ MPa respectivamente, $p > 0,05$).

Gráfico 5 - Resistência à compressão, expressa em MPa. A barra horizontal representa a média, enquanto a barra de erros ilustra o desvio-padrão.



6 DISCUSSÃO

O presente estudo teve como proposta a formulação de um material hidráulico à base de cimento Portland que apresentasse propriedades físico-químicas semelhantes ao MTA, porém com menor tempo de presa. Para tanto, partiu-se do fato de que o clínquer de cimento Portland apresenta um tempo de endurecimento menor do que o cimento Portland (CAMILLERI, 2008; BRAMANTE et al., 2013). Do mesmo modo, a adição de cloreto de cálcio já é consagrada na Odontologia como uma maneira de acelerar a presa deste material (ABDULLAH et al., 2002; BORTOLUZZI et al. 2006; BORTOLUZZI et al. 2009). Por fim, além da remoção do $\text{Ca}(\text{SO})_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ e da adição de CaCl_2 , no presente experimento também foi feita uma seleção de partículas de clínquer com diâmetro inferior a 10 μm , de modo a aumentar a área de superfície e garantir uma maior reatividade do cimento experimental, diminuindo o seu tempo de presa.

Foi demonstrado que o tempo de presa do MTA (grupo I) foi maior em relação aos outros grupos testados. Conforme Camilleri (2008) relata, a exclusão do sulfato de cálcio dihidratado causa uma aceleração significativa no tempo de presa do cimento Portland, o que na indústria é chamado de *flash-set* (NEVILLE, 1997). A adição de cloreto de cálcio ao clínquer (grupo III) aparentemente não foi capaz de diminuir de forma significativa este tempo, pois esta formulação de cimento apresentou tempo de endurecimento superior ao grupo II.

Camilleri (2008) relatou que, com o uso de clínquer de cimento Portland branco e adição de fluidificante à mistura, alcançou tempos de presa iniciais iguais a 5 minutos. Esta diferença pode ser explicada pelo fato de, neste trabalho, ter usado o clínquer de cimento Portland cinza e um fluidificante diferente, além de outra metodologia (o dispositivo de Vicat, utilizado pela autora, não é de uso corriqueiro na pesquisa odontológica). Um tempo de presa inicial de 5 minutos, porém, parece ser demasiadamente curto para uma correta manipulação e inserção do material em um procedimento clínico. O tempo relatado no presente experimento para o FaSe MTA (Grupo III), de $16,7 \pm 2,1$ minutos, parece ser bastante adequado para que o cirurgião-dentista consiga trabalhar em um procedimento clínico.

O fato do grupo III ter apresentado tempo de presa superior ao grupo II pode estar relacionado com a substituição do agente radiopacificador, pois Tanomaru-Filho et al. (2012) relata resultados semelhantes quando o óxido de zircônio foi utilizado no

lugar do óxido de bismuto. Estes autores, no entanto, não ofereceram uma explicação para o fato.

A solubilidade do MTA mostrou-se proporcional ao tempo de imersão em água, o que não ocorreu com os outros cimentos experimentais utilizados neste estudo. Torabinejad et al. (1995) relatam que o MTA não sofre solubilização, porém estudos posteriores refutam estes achados (ISLAM et al., 2006; BORTOLUZZI et al., 2009). Bortoluzzi et al. (2009) relatam que a adição de 10% de CaCl_2 diminuiu a solubilidade do cimento, atribuindo este fato à penetração deste nos poros do cimento, acelerando a hidratação dos silicatos e, conseqüentemente, tornando a cristalização mais rápida. Esta cristalização mais rápida do cimento causando uma menor solubilização, teoricamente seria uma explicação plausível para o fato de que o grupo II, que não recebeu CaCl_2 , tenha apresentado pouca solubilidade. Além disso, o óxido de bismuto mostrou-se bastante solúvel quando incorporado ao MTA, conforme relatado por Camilleri (2010).

O aumento de massa dos corpos-de-prova pode estar relacionado ao mecanismo de hidratação do cimento Portland, onde há a formação de hidróxido de cálcio em um primeiro momento e, após este período, estes íons cálcio seriam lixiviados no meio (CAMILLERI, 2010; HUNGARO DUARTE et al., 2012). Nota-se que, após 14 dias, ocorreu uma diminuição nos valores de massa nos grupos II e III, o que está relacionado com este fenômeno.

O pH do meio de armazenagem do MTA (grupo I) mostra que ocorre um aumento do pH nas primeiras 72 horas, sendo que depois estes valores tendem a cair. Bortoluzzi et al. (2009) relatam uma queda do pH ao longo do tempo, relacionada com a menor lixiviação do hidróxido de cálcio no meio. Padrão semelhante foi encontrado no presente experimento; porém ao contrário daqueles autores, não foi efetuada a troca da solução neste teste por entendermos que este aumento de pH deve ser cumulativo, como ocorreria em uma situação clínica.

Os cimentos experimentais (grupos II e III) apresentaram aumento acentuado de pH após 14 dias, mesmo período onde observa-se uma redução acentuada nos valores de massa dos mesmos. Isto pode indicar uma lixiviação de hidróxido de cálcio no meio, visto que este é formado após algum tempo da hidratação do cimento Portland (CAMILLERI, 2010). A manutenção de um pH elevado no meio favoreceria a formação de ponte dentinária e reparo tecidual, a exemplo do que acontece com o hidróxido de cálcio quando utilizado como proteção direta em exposições pulpares ou pulpotomias.

A microdureza superficial do *FaSe MTA* (grupo III) foi superior ao MTA (grupo I), por ter em sua composição a sílica ativa, que é um dos componentes do concreto de alta resistência, bem como fluidificante, que garante uma massa mais compacta de cimento (NEVILLE, 1997). O menor tamanho das partículas constituintes do cimento e a remoção do sulfato de cálcio de sua composição aparentemente também têm uma participação nesta maior dureza superficial, pois o grupo II apresentou valores intermediários. Não é possível determinar se a substituição do Bi_2O_3 por ZrO_2 teve alguma participação nesta propriedade física.

Kim et al. (2012) observaram que a resistência à compressão do cimento com adição de cloreto de cálcio é superior mesmo quando comparado com o cimento sem aditivos em diferentes condições de pH. Isto pode ajudar a explicar os maiores valores de resistência à compressão obtidos pelo grupo III, além dos já citados anteriormente para a microdureza.

Os valores de resistência à compressão não são críticos para os materiais retrobturadores, como eles não possuem qualquer carga oclusal direta. No entanto, este parâmetro é importante se o material for ser utilizado como material restaurador, tal como sugerido por Abdullah et al. 2002. Além disso, existe a possibilidade de usá-lo como agente de forramento, devido às suas características biocompatíveis e indutoras de formação de ponte dentinária em polpas expostas. Para tanto, o material teria que suportar as cargas provenientes da condensação do material restaurador na cavidade.

Os resultados obtidos no trabalho de Tanomaru-Filho et al., em 2012 demonstraram menores valores de resistência à compressão para cimento Portland associado com óxido de bismuto em comparação com os outros materiais experimentais, o que é consistente com estudos anteriores (COOMARASWAMY et al., 2007; CAMILLERI et al., 2008). O óxido de bismuto não participa da hidratação da reação do MTA (CAMILLERI et al., 2007). Por isso, a sua presença pode induzir a formação de falhas na matriz do cimento, afetando negativamente a resistência mecânica do produto (COOMARASWAMY et al., 2007). De acordo com Coomaraswamy et al., (2007), a adição de Bi_2O_3 para cimento Portland aumenta a porosidade, deixando mais água que não reagiu dentro do material. Estas falhas aumentam a solubilidade, o risco de fratura e desintegração do material, com marcante decréscimo na sua resistência.

7 CONCLUSÕES

Com base na metodologia empregada e resultados obtidos, pode-se concluir que:

- os cimentos experimentais (Grupo II e III) apresentaram menores tempo de presa e solubilidade, mantendo o pH do meio mais elevado quando comparados ao Grupo Controle (Grupo I).
- a formulação testada no grupo III revelou maiores valores de microdureza e resistência à compressão do que os outros cimentos.

8 REFERÊNCIAS

Abdullah D, Pitt Ford TR, Papaioannou S, Nicholson J, McDonald F. An evaluation of accelerated Portland cement as a restorative material. *Biomaterials* 2002; 23(19): 4001-4010.

Ballester-Palacios ML, Berástegui-Jimeno EM, Parellada-Esquius N, Canalda-Sahli C. Interferometric microscopy study of the surface roughness of Portland cement under the action of different irrigants. *Med Oral Patol Oral Cir Bucal*. 2013;1;18(5):e817-21.

Bernabé P, Holland R, Morandi R, Souza V, Nery MJ, Otoboni filho JA, Dezan Junior E, Gomes-filho JE. Comparative study of MTA and other materials in retrofilling of pulpless dogs' teeth. *Brazilian Dental Journal*.2005;16:149-155.

Bortoluzzi EA, Broon NJ, Bramante CM, Garcia RB, Moraes IG, Bernardineli N. Sealing Ability of MTA and Radiopaque portland cement with or without calcium chloride for root-end filling. *JOE* . 2006; 32(9):897-900.

Bortoluzzi EA, Guerreiro-Tanomaru JM, Tanomaru-Filho M, Duarte MA. Radiographic effect of different radiopacifiers on a potential retrograde filling material. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod*. 2009;108(4):628-32.

Bramante CM, Kato MM, Assis GF, Duarte MAH, Bernardineli N, Moraes IG, Garcia RB, Ordinola-Zapata R, Bramante AS. Biocompatibility and setting time of CPM-MTA and White Portland cement clinker with or without calcium sulfate. *J Appl Oral Sci*. 2013; 21(1):32-6.

Camilleri J, Monstein FE, Di Silvio I, Pitt Ford TR. The chemical constitution and biocompatibility of accelerated Portland cement. *Int Endod J*. 2005; 38:834-42.

Camilleri J, Montesin FE, Papaioannou S, McDonald F, Pitt Ford TR. Biocompatibility of two commercial forms of mineral trioxide aggregate. *Int Endod J*. 2004; 37:699-704.

Camilleri J, Pitt Ford TR. Mineral trioxide aggregate: a review of the constituents and biological properties of the material. *Int Endod J* 2006(a); 39(10): 747-754.

Camilleri J. Evaluation of the physical properties of an endodontic Portland cement incorporating alternative radiopacifiers used as root-end filling material. *Int Endod J* 2010; 43(3): 231-240.

Camilleri J. Hydration Characteristics of Calcium Silicate Cements with Alternative radiopacifiers Used as Root-end Filling Materials. *JOE* .2010; 36 (3):502-508.

Camilleri J. Hydration mechanisms of mineral trioxide aggregate. *Int Endod J*.2007;40(6): 462-70.

Camilleri J. Modification of mineral trioxide aggregate. Physical and mechanical properties. *Int Endod J*. 2008;41(10):843-9.

Carvalho- Junior JR, Correr-Sobrinho L, Correr AB, Sinhoreti MAC, Consani S, Sousa-Neto MD. Radiopacity of root filling materials using digital radiography. *International Endodontic Journal*.2007;40,:514–520.

Chacko V, Kurikose S. Human pulpal response to mineral trioxide aggregate (MTA): a histologic study. *Journal Clinical Pediatric Dentistry*.2006;30:203-9.

Coomaraswamy KS, Lumley PJ, Hofmann MP. Effect of bismuth oxide radioopacifier content on the material properties of an endodontic Portland cement-based (MTA-like) system. *J Endod*. 2007; 33: 295-8.

Deal BF, Wenckus CS, Johnson BR, Fayad MI. Chemical and physical properties of MTA, Portland cement, and a new experimental material, Fast-Set MTA [abstract 70]. *J Endod*. 2002; 28: 252.

Faraco JR IM, Holland R. Response of the pulp of dogs to capping with mineral trioxide aggregate or a calcium hydroxide cement. *Dent Traumatol*. 2001; 17:163-6.

Fridland M, Rosado R. Mineral trioxide aggregate (MTA) solubility and porosity with different water-to-powder ratios. *J Endod*. 2003; 29: 814-7.

Fridland M, Rosado R. MTA solubility: a long term study. *J Endod*. 2005; 31:376-9.

Hungaro Duarte MA, Demarchi ACCO, Yamashita JC, Kuga MC, Fraga SC. pH and calcium ion release of 2 root-end filling materials. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol*. 2003; 95: 345-7.

Hungaro Duarte MA, Minotti PG, Rodrigues CT, Zapata RO, Bramante CM, Tanomaru-Filho M, Vivian RR, Moraes IG, Andrade FB. Effect of Different Radiopacifying Agents on the Physicochemical Properties of White Portland Cement and White Mineral Trioxide Aggregate. *JOE*.2012; 38(3): 394- 397.

Ibarrola JL, Biggs SG, Beeson TJ. Repair of a large furcation perforation: a four year follow-up. *Journal Endodontic*.2008;34:617-9.

Ioannidis K, Mistakidis I, Beltes P, Karagiannis V. Spectrophotometric analysis of coronal discolouration induced by grey and white MTA. *Inter End Journal*. 2013;46:137-144.

Islam I, Chng HK, Yap AUJ. Comparison of the physical and Mechanical Properties of MTA and Portland Cement. *Journal of Endodontic*.2006; 32: 192-197.

Jang JH, Kang M, Ahn S, Kim S, Kim W, Kim Y, Kim E. Tooth discoloration after the use of new pozzolan cement (Endocem) and mineral trioxide aggregate and the effects of internal bleaching. *J Endod*. 2013; 39(12):1598-602.

Kogan P, He J, Glickman GN, Watanabe I. The effects of various additives on setting properties of MTA. *J Endod*. 2006; 32(6): 569-572.

Lee SJ, Monsefi M, Torabinejad M. Sealing ability of a mineral trioxide aggregate for repair of lateral root perforations. *Journal of Endodontics*.1993;11(19):541-544.

Massi S, Tanomaru-Filho M, Silva GF, Duarte MAH, Grizzo LT, Buzalaf MAR, Tanomaru JMG. pH, Calcium ion release, and setting time of an experimental mineral trioxide aggregate – based root canal sealer. *JOE*. 2011;37(6):844-846.

Min KS, Chang HS, Bae JM, Park SH, Hong CU, Kim EC. The Induction of Heme Oxygenase-1 Modulates Bismuth Oxide-induced Cytotoxicity in Human Dental Pulp Cells. *JOE*.2007;33(11):1342-46.

Nekoofar MH, Adusei G, Sheykhrezae MS, Hayes SJ, Bryant ST, Dummer PM. The effect of condensation pressure on selected physical properties of mineral trioxide aggregate. *International Endodontic Journal*.2007. 40: 453–61.

Nekoofar MH, Aseeley Z, Dummer P M H. The effect of various mixing techniques on the surface microhardness of mineral trioxide aggregate. *International Endodontic Journal*.2010; 43:312–320.

Neville AM. Aditivos. In: Neville AM. *Propriedades do concreto*. 2ª edição. Giammusso SE. São Paulo: Pini; 1997. Capítulo 5 (pag.251-275) e capítulo 2 (pag. 81-124).

Oliveira MG, Xavier CB, Demarco FF, Pinheiro ALB, Costa AT, Pozza DH. Comparative Chemical Study of MTA and Portland Cements. *Braz Dent J*.2007; 18(1): 3-7.

Schwartz RS, Mauger M, Clement DJ, William A. Mineral Trioxide Aggregate: A new material for endodontics. *JADA*. 1999; 130:967-75.

Simon S, Rilliard F, Berdal A, Machtou P. The use of mineral trioxide aggregate in one-visit apexification treatment: a prospective study. *Intrnational Endodontic Journal*.2007;40:186-97.

Steinig TH, Regan JD, Gutmann JL. The use and predictable placement of Mineral Trioxide Aggregate in one visit apexification cases. *Australian Endodontic Journal*.2003;29:34-42.

Subay RK, Ilhan B, Ulukapi H. Mineral Trioxide Aggregate as a pulpotomy agent in immature teeth:Long-term case report. *Eur J Dent*.2013;7(1):133-138.

Tanomaru-Filho M, Morales V, Silva GF, Bosso R, Reis JMSN, Hungaro Duarte MA, Guerreiro-Tanomaru M. Compressive Strenght and setting time of MTA and Portland cement associated with different radiopacifying agents. *ISRN Dentistry*. 2012.

Torabinejad M, Higa RK, McKendry DJ, Pitt Ford TR. Dye leakage of four root end filling materials: Effects of blood contamination. *J Endod* 1994; 20(4): 159-163.

Torabinejad M, Hong CU, McDonald F, Pitt Ford TR. Physical and chemical properties of a new root-end filling material. *J Endod*. 1995; 21(7):349-53.

Torabinejad M, Watson TF, Pitt Ford TR. Sealing ability of a mineral trioxide aggregate when used as a root end filling material. *J Endod*. 1993; 19(12): 591-595.

Vallés M, Mercadé M, Duran-Sindreu F, Bourdelande JL, Roig M. Influence of light and oxygen on the color stability of five calcium silicate-based materials. *J Endod.* 2013; 39(4):525-8.