

UNIVERSIDADE FEDERAL DE JUIZ DE FORA

CENTRO INTEGRADO DE SAÚDE

FACULDADE DE ODONTOLOGIA

BERNARDO CESAR COSTA

**ANÁLISE FÍSICO-QUÍMICA DO CIMENTO PORTLAND (CP-II-E-32),
QUANDO ASSOCIADO A QUATRO DIFERENTES
RADIOPACIFICADORES**

Juiz de Fora

2012

BERNARDO CESAR COSTA

**ANÁLISE FÍSICO-QUÍMICA DO CIMENTO PORTLAND (CP-II-E-32),
QUANDO ASSOCIADO A QUATRO DIFERENTES
RADIOPACIFICADORES**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós - graduação em Clínica Odontológica, da Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Juiz de Fora, como requisito parcial para obtenção do grau de Mestre. Área de concentração: Clínica Odontológica.

Orientador: Prof. Dr. Celso Neiva Campos

Juiz de Fora

2012

COSTA, B.C. Análise físico-química do cimento Portland(CP-II-E-32), quando associado a quatro diferentes radiopacificadores. Juiz de Fora (MG), 2012, 64f. Qualificação (Mestrado em Clínica Odontológica) - Faculdade de Odontologia, Universidade Federal de Juiz de Fora.

Bernardo Cesar Costa

**ANÁLISE FÍSICO-QUÍMICA DO CIMENTO PORTLAND (CP-II-E-32),
QUANDO ASSOCIADO A QUATRO DIFERENTES
RADIOPACIFICADORES**

Dissertação apresentada à Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Juiz de Fora, como parte dos requisitos para obtenção do título de mestre.

Aprovada em ____ de _____ de 2012, pela Banca examinadora composta por:

Prof. Dr. Celso Neiva Campos (Orientador)

Departamento de Clínica Odontológica – UFJF

Prof. Dr. Ivaldo Gomes de Moraes

Departamento de Dentística Endodontia e Materiais Dentários – USP

Prof.(a) Dr.(a) Anamaria Pessoa Pereira Leite

Departamento de Clínica Odontológica – UFJF

Dedicatória.

Aos meus pais, que de forma, incansável, trabalharam, dia após dia, para proporcionar, não só a mim, mas a todos os meus irmãos, uma formação de qualidade. Pai, Mãe, vocês foram e continuam sendo brilhantes.

À minha esposa Janaina, que caminha ao meu lado nos piores e melhores momentos da minha vida, sempre me incentivando de forma positiva e encorajadora. Dedico todo o esforço e comprometimento empregados neste trabalho a você. Janinha vejo você, como um ser humano diferenciado, que Deus me deu como maior presente.

Agradecimentos

A Deus pelas oportunidades e pela orientação nos momentos em que precisei escolher os caminhos retos em minha vida.

Obrigado por perdoar minhas falhas, ajudando-me a corrigi-las. Agradeço, também pela família que escolheu pra mim, pelas pessoas com quem convivo e pela vida plena que me proporciona, fortalecendo, sempre, meu coração e permitindo que eu tenha forças para lidar com as adversidades.

Ao meu orientador Prof. Dr. Celso Neiva Campos que de uma forma sempre sutil me fez caminhar na direção certa. Obrigado pela confiança depositada em mim, pelo carinho pelo qual conduziu esse trabalho, aceitando com serenidade opiniões externas sempre com muita humildade. Professor Celso durante esse período que estivemos próximos foi possível aprender muito com você, obrigado por me transformar em um ser humano melhor em todos os aspectos.

Ao Prof. Dr. Marco Antonio Hungaro Duarte (meu co-orientador) sou, imensamente, grato pela oportunidade de aprender e compreender a Endodontia de uma maneira mais ampla, pela gentileza no convívio diário e pelo exemplo de dedicação e trabalho. Sal, vejo você como uma pessoa objetiva, focada e com um raciocínio intenso e bastante rápido, trabalhar ao seu lado é uma experiência extremamente recompensadora. Obrigado por compartilhar tudo isso comigo.

À minha irmã Fabiana, obrigado por organizar todas as coisas ao meu redor tais como: família, profissão e muito mais, fazendo um grande esforço para que todo o restante funcione perfeitamente. Com certeza, minha vida, sem você, seria mais dura, sofrida e muito, muito mais triste. Felizes os que têm você por perto. Obrigado!

Ao meu irmão Leonardo que se apresenta, sempre, disposto a ajudar. É confortante saber que posso contar com uma pessoa tão especial, que sabe como poucos, dominar o silêncio e, inteligentemente, usar as palavras sempre de uma maneira suave e amigável. Leo, estas e outras muitas qualidades fazem de você esse ser humano iluminado. Obrigado por tudo!

Agradecimentos institucionais

Ao programa de pós-graduação da UFJF, na pessoa de Maria das Graças Afonso Miranda Chaves. Ainda que, a palavra, "obrigado", signifique tanto, não expressa por inteiro o quanto foi importante para mim sua ajuda durante todo o curso. Obrigado por tornar essa caminhada mais tranquila.

À faculdade de odontologia de Juiz de Fora, na pessoa do diretor Antônio Marcio Resende do Carmo. Obrigado pelos ensinamentos transmitidos sempre de forma tranquila e "individualizada". Sou grato pela sua ajuda que contribuiu muitíssimo em minha formação pessoal e profissional.

À CAPES pelo apoio financeiro oferecido para realização deste trabalho.

À faculdade de odontologia de BAURU-USP pela receptividade e parceria incondicionais.

Ao departamento de Bioquímica da faculdade de odontologia de BAURU-USP especialmente às funcionárias Thelma e Larissa obrigado pela boa vontade e paciência quando foi preciso. Fiquei muito feliz com o comprometimento de vocês. Muito obrigado mesmo.

Às secretárias: Wanessa, Regina, Suely, Andressa. A boa execução do trabalho de vocês certamente repercutiu no meu, fazendo com que as coisas ficassem mais leves para mim, por isso agradeço, todo o empenho e dedicação que vocês tiveram comigo.

Ao amigo Edimauro "Quando um homem é bom amigo, também tem amigos bons". Edimauro, quando cheguei a Bauru e observei sua relação com todos do departamento de Endodontia da FOB, fiquei curioso para saber como uma pessoa podia ser tão querida por tantas outras. Hoje, passado algum tempo, entendo bem como você construiu tudo isso. Você é uma pessoa verdadeira, franca, extremamente justo e disposto a fazer qualquer coisa pelos seus amigos a qualquer

hora. Essas e outras qualidades, que só você tem, fez crescer ao seu redor pessoas que admiram muito você, e eu sou uma dessas pessoas. Obrigado pela ajuda.

À Prof. Dr. Anamaria Pessoa Pereira Leite obrigado pela parceria nos momentos em que mais precisei. Você iluminou meu caminho quando as coisas estavam confusas, você supriu minha ausência quando precisei realizar parte dos testes em Baurú. E, o mais importante, você apostou em mim e me concedeu todos os créditos quando assumi a disciplina de Endodontia I e III da U.F.J.F., sempre me impulsionado e me fazendo acreditar que eu era realmente um professor de Endodontia, e eu acreditei. Ana, obrigado pela força.

Prof. Dr. Ivaldo Gomes de Moraes, ainda me lembro quando fiz a prova de seleção para o curso de especialização na FOB-USP. Exame escrito, entrevista com os professores, vagas limitadas e todas as outras coisas que vivenciamos quando somos avaliados. Mas, em meio àquele clima tenso havia um olhar diferente. Um olhar cuidadoso que expressava tranquilidade, sabedoria e afeto. Um olhar de um velho amigo.

Quando tivemos mais contato e conversamos um pouco, senti uma alegria muito grande porque percebi que, naquele momento mágico, programado por DEUS estava nascendo uma grande amizade. E, realmente, não foi diferente. Você, talvez, não saiba como foi importante para mim frequentar o seu sítio, sua casa e conhecer sua família. Tudo isso tornou a saudade da minha família muito menor.

Ivaldo, admiro muito sua forma de viver, equilibrando de forma memorável todos os seus títulos, seu respeito, dentro e fora, do mundo acadêmico, seu conhecimento e reconhecimento e, ao mesmo tempo, apresentando-se como uma pessoa extremamente acessível. Obrigado por ter estendido sua mão a mim e me orientado, mostrando-me que é possível ser um baluarte, um menestrel sem perder a humildade.

Epígrafe

Não importa aonde você parou...
Em que momento da vida você cansou...
O que importa é que sempre é possível e necessário "Recomeçar".
Recomeçar é dar uma chance a si mesmo...
É renovar as esperanças na vida e o mais importante...
Acreditar em você de novo.

Autor: Carlos Drummond de Andrade

RESUMO

O objetivo deste estudo foi testar a associação de quatro substâncias radiopacificadores em associação ao cimento Portland, quanto à solubilidade, pH, radiopacidade e liberação de íons Cálcio, buscando-se a proporção ideal dos radiopacificadores (óxido de bismuto, carbonato de bismuto, iodofórmio e sulfato de bário), com o cimento Portland, preservando as propriedades desse material. Assim, foi adotada como base a especificação número 57 da ADA, para determinarmos o tempo de presa do cimento. Para a determinação da solubilidade usou-se a especificação ISO 6876/2001. A determinação do pH foi realizada por meio de um peagômetro, a liberação de íons Ca^{++} foi aferida através de um espectrofotômetro de absorção atômica equipado com uma lâmpada de cátodo oco específica para o cálcio. O valor da radiopacidade foi determinado em densidade radiográfica a qual foi convertida em milímetros de alumínio (mm/Al), através de uma escala específica. A conversão foi obtida determinando-se a densidade radiográfica correspondente a cada milímetro de alumínio da escala. A quantidade de radiopacificador interfere negativamente na porosidade e resistência à compressão do cimento Portland. Então, espera-se definir uma quantidade ideal de radiopacificador ao cimento Portland “definida em peso”, uma vez que, essa definição em volume aumenta consideravelmente a quantidade dos radiopacificadores no material, interferindo negativamente nas propriedades do mesmo.

PALAVRAS-CHAVE: MTA, Cimento Portland, Radiopacificadores, Propriedade físico-químicas

ABSTRACT

The aim of this study was to test the association of four substances radiopacifiersagents

in association with Portland cement in water solubility, pH, radiopacity and release of calcium ions, seeking the ideal proportion of radiopacifiersagents (bismuth oxide, bismuth carbonate, iodoform and barium sulfate), with Portland cement, preserving the properties of this material. So, was adopted based on ADA specification No. 57, to determine the setting time of cement. For the determination of solubility was used to ISO specification 6876/2001. The pH determination was performed using a pH meter, the release of Calcium was measured by means of a atomic absorption spectrophotometer fitted with a hollow cathode lamp specific for calcium. The value of optical density was determined in radiographic density which has been converted into aluminum millimeters (mm / Al) by a specific range. The conversion was obtained by determining the radiographic density for each millimeter of aluminum scale. The amount of radiopacifiersagent impairs the porosity and the compressive strength of cement. So, it is expected to define an optimal amount of Portland cement radiopacifiersagent the "set weight", since this definition in volume considerably increases the amount of radiopacifiersagents in material, negatively affect the properties of the same.

KEYWORDS: MTA, Portland Cement, Physicochemical properties, Radiopacifiersagents.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Espatulação do MTA.....	49
Figura 2 - Pesagem dos materiais.....	49
Figura 3 - Pipeta automática.....	50
Figura 4 - Calibração da pipeta para 0,300ml.....	50
Figura 5 - Frasco com marcação da medida padrão.....	50
Figura 6 - Estufa com temperatura e umidade controladas, $37^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ e $95\% \pm 5\%$	51
Figura 7 - Incorporação de água na mistura.....	52
Figura 8 - Mistura espatulada e adaptada ao anel metálico.....	52
Figura 9 - Agulha de Gilmore de 113,5 e 453,5 gramas empregadas na determinação do tempo de presa.....	52
Figura 10 - Início da marcação com agulha de Gilmore 113,5g.....	53
Figura 11 - Marcas iniciais nos corpos de prova durante a presa inicial(cimento ainda fluído)	53
Figura 12 - Marcas finais nos corpos de prova durante a presa final (cimento com presa tomada)	53
Figura 13 - Matriz flexível(de borracha) utilizada no experimento.....	55
Figura 14 - Desmembramento do conjunto, frasco, tampa e corpo de prova.....	55
Figura 15 - Corpos de prova antes de serem removidos da matriz.....	55
Figura 16 - Estufa de cultura 502 marca Orion®, São Paulo, Brasil.....	56
Figura 17 - Corpo de prova empregado para o teste de solubilidade (pesagem na balança de precisão)	56

Figura 18 - Corpo de prova imerso em 50 ml de água MilliQ para o teste de solubilidade	56
Figura 19 - Matriz bipartida de Teflon(fechada).....	57
Figura 20 - Matriz bipartida de Teflon(aberta).....	57
Figura 21 - Cortador de tecidos duros (Labcut 1010, Excet Corp. EUA).....	58
Figura 22 - Secção longitudinal de molares inferiores.....	58
Figura 23 - Paquímetro digital (Mitutoyo, Japão).....	59
Figura 24 - Posicionador utilizado para manter a distância foco-filme constante em 40 cm.....	59
Figura 25 - Corpo de prova de cada grupo testado.....	60
Figura 26 - Corte do dente com a espessura correspondente a 1 mm.....	60
Figura 27 - escala de densidade de alumínio com espessuras variando de 1 mm a 11 mm.....	60
Figura 28 - Sensor do sistema radiográfico digital com os objetos radiografados.....	61
Figura 29 - Imagem radiográfica adquirida.....	61
Figura 30 - Utilização ferramenta histograma do programa Adobe Photoshop® 8.0 (EUA)	62
Figura 31 - Corpos de prova (tubos) do teste de pH.....	63
Figura 32 - Colocação do tubo nos frascos	63
Figura 33 - Frascos de 15ml (Labcon) de acordo com os períodos.....	63
Figura 34 - Disposição dos frascos para medição.....	64
Figura 35 - pHmetro utilizado no experimento.....	64
Figura 36 - Corpos de prova (tubos) do teste de liberação de íons cálcio.....	66
Figura 37 - Colocação do tubo nos frascos.....	66

Figura 38 - Disposição dos frascos para medição.....	66
Figura 39 - Frascos de 15 ml (Labcon) de acordo com os períodos.....	67
Figura 40 - Espectrofotômetro de absorção atômica equipado com uma lâmpada de cátodo oco específica para o cálcio.....	67
Figura 41 - Gráfico da média do tempo de presa (em minutos) dos materiais analisados.....	69
Figura 42 - Gráfico da média do tempo de presa (em minutos) dos materiais analisados.....	71
Figura 43 - Representação gráfica da média do pH dos materiais nos diferentes períodos analisados.....	73
Figura 44 - Gráfico da média de liberação de íons cálcio dos materiais nos diferentes períodos de tempo analisados.....	75
Figura 45 - Representação gráfica da média de solubilidade dos materiais expressas em porcentagem.....	77

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Média e desvio-padrão (DP) dos tempos de presa inicial e final em minutos.....	68
Tabela 2 – Média e desvio padrão da radiopacidade em mm/Al dos cimentos analisados.....	70
Tabela 3 – Média e desvio padrão da liberação de íons cálcio (em mg/L) dos materiais, nos diferentes períodos analisados.....	72
Tabela 4 – Média e desvio padrão do pH dos materiais nos diferentes períodos analisados.....	74
Tabela 5 – Média e desvio padrão da porcentagem de solubilidade dos cimentos analisados.....	76

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ABNT – Associação Brasileira de Normas Técnicas

ABCP – Associação Brasileira de Cimento Portland

ADA – American Dental Association

Al – Alumínio

ANOVA – Análise de Variância

ANSI/ADA – American National Standards Institute / American Dental Association

Bi – Bismuto

C – Carbono

Ca – Cálcio

Cb – Carbonato de bismuto

CIV – Cimento Ionômero de Vidro

cm – Centímetro

CP – Cimento Portland

Cr – Cromo

Cu – Cobre

EDS – Energy Dispersive X-Ray spectrometer System

FDA – Food and Drug Administration

Fe - Ferro

g – grama

h – hora

I – Iodofórmio

ISO – International Organization for Standardization

K - Potássio

kg – Kilograma

kV – kilovoltagem

mm – milímetro

MPa – mega Pascal

MTA – Agregado de Trióxido Mineral

WMTA – MTA branco

MTA C – MTA cinza

PMTA – ProRoot MTA

Na – Sódio

NEC – Novo Cimento Endodôntico

Ob – Óxido de bismuto

O – Oxigênio

pH – Potencial Hidrogeniônico

Sb – Sulfato de bário

s – segundo

S – Enxofre

Ti – Titânio

LISTA DE SÍMBOLOS

°C – Grau Celsius

% - Por Cento

p – nível de significância

< – menor que

> – maior que

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO.....	21
2 REVISÃO DE LITERATURA.....	23
2.1 EVOLUÇÃO DAS PESQUISAS COM O MTA.....	23
2.2 CIMENTO PORTLAND E MTA.....	31
2.3 MÉTODOS DE AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICA.....	36
3 PROPOSIÇÃO.....	45
3.1 GERAL.....	45
3.2 ESPECÍFICOS.....	45
4 METODOLOGIA.....	46
4.1 MATERIAIS.....	46
4.1.1 CIMENTOS	46
4.1.1.1 CIMENTO MTA Branco ANGELUS®.....	46
4.1.1.2 RADIOPACIFICADORES.....	47
4.1.1.3 GRUPOS EXPERIMENTAIS.....	47
4.2 MÉTODOS.....	48
4.2.1 SUPERFÍCIE DE ESPATULAÇÃO.....	48
4.2.2 PESAGEM DO PÓ DO CIMENTO PORTLAND OU MTA.....	48
4.2.3 MEDIDA DO LÍQUIDO.....	49

4.2.4 TEMPO DE PRESA.....	50
4.2.5 SOLUBILIDADE.....	53
4.2.6 RADIOPACIDADE.....	56
4.2.7 ANÁLISE DO pH	61
4.2.8 LIBERAÇÃO DE ÍONS CÁLCIO.....	64
5 RESULTADOS.....	67
5.1 TEMPO DE PRESA.....	67
5.2 RADIOPACIDADE.....	69
5.3 pH.....	71
5.4 LIBERAÇÃO DE ÍONS CÁLCIO.....	73
5.5 SOLUBILIDADE.....	75
6 DISCUSSÃO.....	77
7 CONCLUSÃO.....	88
8 REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA.....	89

1. INTRODUÇÃO

A Endodontia vem sofrendo, nos últimos vinte anos, uma evolução técnica e científica de intensa magnitude, atingindo patamares não observados em toda sua história.

Como exemplo, podemos citar a incorporação da tomografia computadorizada de feixe cônico (PATEL *et al.*, 2009), o avanço dos instrumentos endodônticos associados ao uso de motores (GONCALVES *et al.*, 2003), a modernização dos localizadores foraminais (MANCINI *et al.*, 2011) e outros.

Entretanto, embora os trabalhos científicos e crescentes tecnologias influam de forma direta e positiva na Endodontia, perfurações dentais ainda são recorrentes em clínicas de instituições públicas e particulares.

Desta forma, as perfurações dentais, lesões artificiais e involuntárias, comunicando a cavidade pulpar com o ligamento periodontal, ocupam lugar de destaque. Há alguns anos, dentes que apresentavam esse diagnóstico estavam, praticamente, indicados para exodontia. Entretanto, hoje, é possível, de acordo com o nível, o local, o tamanho e o grau de contaminação, tratar de forma conservadora um dente perfurado por meio do tamponamento com materiais biológicos como o MTA e o Hidróxido de cálcio (MENEZES *et al.*, 2005; de VASCONCELOS *et al.*, 2009).

Assim, o Agregado de Trióxido Mineral (MTA), material estável e biológico, vem promovendo excelentes resultados (VANKA *et al.*, 2010; CEHRELI *et al.*, 2011). Mesmo nos casos em que o tratamento conservador não proporciona resultados positivos, o MTA continua sendo uma ótima opção para os tratamentos cirúrgicos. Desta forma, a obturação retrógada, com MTA, apresenta-se como uma excelente modalidade cirúrgica (VIVAN *et al.*, 2009; TANG *et al.*, 2010). O uso do MTA também é citado com sucesso em casos de pulpotomia (ABARAJITHAN *et al.*, 2010) e capeamento pulpar direto (NAIR *et al.*, 2008; PARANJPE *et al.*, 2010).

Percebe-se, então, que o MTA, material desenvolvido, na década de 90 na Universidade de Loma Linda-USA, pelo Professor Tarabinejad (TORABINEJAD *et al.*, 1995b), apresenta desejáveis características tais como: ação antimicrobiana (ESTRELA *et al.*, 2000; RIBEIRO *et al.*, 2006), biocompatibilidade (HOLLAND *et al.*, 2001b), capacidade de induzir a formação de barreiras mineralizadas (HOLLAND *et*

al., 2001a), dentre outras. Entretanto, o cimento MTA também apresentam alguns fatores limitantes como o seu alto custo (OLIVEIRA *et al.*, 2007) e possibilidade de alteração de cor de dentes com ele tratados (BELOBROV e PARASHOS, 2011).

Frente ao exposto, torna-se necessário o desenvolvimento de um material alternativo que conserve as mesmas características do MTA, mas, que seja mais acessível economicamente e que não provoque qualquer alteração na cor dos dentes com ele tratados com esse material, principalmente quando tais dentes ocuparem uma região considerada estética. Situações como estas geram dúvidas em relação ao MTA e deixa claro, a necessidade da busca de um material ainda mais completo.

Estrela *et al.* em 2000, avaliaram a composição química do MTA e cimento Portland, verificando a semelhança entre os dois, com exceção do óxido de bismuto que é acrescentado ao MTA para lhe conferir radiopacidade. O mesmo foi observado por Saidon *et al.* (2003). Assim, o cimento Portland aparece como uma excelente alternativa ao MTA. Tais resultados são reforçados por outros estudos e mostram similaridade em sua composição, mecanismos de ação e citotoxicidade, além de apresentar-se como um material bem mais barato, comparativamente ao MTA (COUTINHO-FILHO *et al.*, 2008).

Porém, como no cimento Portland não existe um radiopacificador, necessário para torná-lo visível radiograficamente (BUENO *et al.*, 2009), vários estudos têm avaliado a radiopacidade do cimento Portland, quando associado a radiopacificadores como o sulfato de bário, carbonato de bismuto, tungstato de cálcio, óxido de bismuto (GOMES CORNELIO *et al.*, 2011), em diferentes proporções, afim de conferir-lhe essa propriedade desejável em materiais de uso odontológico.

Este trabalho será realizado, visando avaliar algumas propriedades físico-químicas apresentadas pelo cimento Portland quando associado a quatro diferentes radiopacificadores.

2 REVISÃO DA LITERATURA

A revisão de literatura está disposta de forma didática. De modo que, a abordagem dos estudos segue uma ordem cronológica sobre a evolução das pesquisas em relação ao MTA, depois, há uma breve comparação entre este material e o cimento Portland, para, então encerrarmos a fundamentação teórica, revisando alguns estudos relacionados aos testes aplicados, neste trabalho.

2.1 EVOLUÇÃO DAS PESQUISAS COM O MTA

O primeiro trabalho publicado referente ao Agregado Trióxido Mineral (MTA) realizado na Universidade de Loma Linda (Loma Linda, Califórnia - EUA). Os autores (LEE *et al.*, 1993) desenvolveram um cimento com o propósito de selar as comunicações entre o sistema de canais radiculares e o periodonto. Neste trabalho, compararam a capacidade de selamento do MTA, amálgama e IRM em perfurações de dentes humanos extraídos. Cinquenta molares inferiores e superiores foram utilizados e as perfurações realizadas a partir da embocadura do canal na raiz mesial com broca esférica número 2, de haste longa, em ângulo de 45° do longo eixo de cada dente. O local da perfuração foi ampliado com uma lima K nº 80, até que sua ponta ultrapassasse 5mm da superfície radicular. Após o preenchimento das perfurações, os dentes foram mantidos em solução salina por quatro semanas. Os resultados mostraram que o material que apresentou menor infiltração foi o MTA (0,28), seguido do IRM (1,30) e o amálgama (1,53).

Torabinejad *et al.* (1994) comparam a infiltração marginal, em presença ou ausência de sangue, em cavidades apicais preenchidas com amálgama, Super EBA, IRM e MTA. O estudo foi realizado em 90 dentes humanos extraídos, instrumentados e obturados, com exceção dos 2mm apicais, que foram seccionados com inclinação de 90° e uma cavidade apical de 2mm de profundidade, preparada com guta-percha sem cimento e outras cinco, com cera em bastão, que serviam como controles positivo e negativo, respectivamente. Os dentes foram divididos aleatoriamente em grupos de 10, na presença e ausência de sangue, no momento da colocação dos materiais em teste. Imediatamente foram imersos em solução corante azul de metileno a 1%, por 72 horas. As raízes foram cortadas e a

penetração linear do corante dentro da cavidade apical foi avaliada utilizando o estereomicroscópio. A presença ou ausência de sangue não teve efeito significativo sobre a infiltração do corante, porém houve diferença significativa entre os materiais. O MTA mostrou infiltração menor do que os outros materiais, com ou sem contaminação de sangue.

Ford *et al.* (1995) realizaram 28 perfurações intencionadas em pré-molares inferiores de sete cães, com o propósito de avaliar a resposta do tecido perirradicular na região de furca. Metade dos dentes tiveram as perfurações seladas imediatamente com amálgama e MTA e a outra metade, as perfurações foram contaminadas com saliva e deixadas abertas ao meio bucal por 6 semanas, para posteriormente serem seladas com amálgama e MTA. Os animais foram sacrificados após quatro meses e as peças, analisadas microscopicamente. Os resultados mostraram que os dentes selados imediatamente com o amálgama, tiveram inflamação de moderada a severa, enquanto que nos selados com o MTA ocorreu a formação de novo cimento em cinco, de seis dentes. Os dentes contaminados e selados com o amálgama mostraram áreas de inflamação e com o MTA, 3 estavam livres dela e 4 com áreas inflamadas. Com base nesses resultados, os autores concluíram que o MTA é mais conveniente que o amálgama para o reparo de perfurações, especialmente quando estas, foram seladas imediatamente.

Kettering e Torabinejad (1995) investigaram o potencial mutagênico do IRM e do Super-EBA, os quais são materiais indicados para obturações retrógradas, comparando-os ao MTA. No estudo, foram utilizados o teste de mutagenicidade de Ames e cepas de *Salmonella typhimurium* LT-2 que são bactérias sensíveis a diferentes classes de mutagênicos. Os resultados mostraram que nenhum material avaliado mostrou qualquer efeito mutagênico. Os autores concluíram que o material ideal para obturação retrógrada deve apresentar boa estabilidade dimensional e não ser mutagênico. Concluíram ainda que, todos os materiais testados, não apresentaram efeito mutagênico por efeito potencial direto ou indireto. Os autores concluíram que, pelo fato de o MTA proporcionar um selamento superior quando comparado a outros materiais normalmente empregados para obturação retrógrada e ainda por ser menos citotóxico e não mutagênico, é interessante a realização de estudos *in vivo* antes da indicação clínica do mesmo.

Torabinejad *et al.* (1995a) investigaram a resposta dos tecidos periapicais de cães ao MTA e ao amálgama. Para isso, utilizaram os terceiros e quartos pré-

molares inferiores de 6 cães da raça Beagle. Após a abertura coronária e preparo químico-mecânico dos canais radiculares, estes foram deixados abertos e expostos às bactérias orais por 2 semanas e, então, selados com Cavit por mais 4 semanas para o desenvolvimento de lesões periapicais. Entre 1 e 2 semanas pós-obturaç o, os dentes foram submetidos a apicectomias e retrobturaç es com am lgama ou MTA. Depois de 2, 5, 10 e 18 semanas os animais foram mortos. As peas foram processadas e submetidas a an lise microsc pica. Avaliou-se a severidade e extens o da inflamaç o, o tipo de c lulas inflamatorias predominantes no tecido perirradicular adjacente aos materiais retrobturadores, a presena ou aus ncia de c psula-fibrosa, a deposio de cimento, de peri steo, a neoformaç o  ssea e a contaminaç o bacteriana. Os resultados mostraram que os tecidos perirradiculares de todas as ra zes obturadas com am lgama tinham inflamaç o de moderada a severa, enquanto somente 1/3 das obturadas com MTA tinham inflamaç o moderada. Observou-se que no per odo de 2 a 5 semanas houve predom nio de leuc citos no grupo do am lgama, e de linf citos no grupo do MTA. J  com 10 a 18 semanas nos 2 grupos os linf citos predominaram. N o houve formaç o de c psula fibrosa sobre o am lgama, estando a mesma presente em 19 dos 21 esp cimes onde o MTA foi utilizado. No per odo de 2 a 5 semanas, ocorreu a formaç o de cimento em 1 dos 11 esp cimes do MTA e no per odo de 10 a 18 semanas todos apresentaram (10 esp cimes), enquanto que no grupo do am lgama nenhuma formaç o de cimento foi evidenciada. Os autores concluíram que, tanto o tipo de obturaç o do canal como o selamento ou n o da cavidade de acesso, influenciaram na formaç o de cimento sobre a  rea da raiz seccionada. Segundo os autores, o MTA provavelmente,   capaz de induzir a ativaç o de cementoblastos, formando uma matriz para a neoformaç o cement ria, al m de sua excelente capacidade seladora, elevado pH e a liberaç o de subst ncias capazes de ativar a cementog nese.

A capacidade indutora de formaç o da barreira de tecido mineralizado no tratamento de dentes com rizog nese incompleta foi investigada por Shabahang *et al.* (1999).

Em seguida realizou-se o preparo qu mico-mec nico dos canais e curativo com pasta de Ca(OH)₂ por 1 semana. Os canais foram divididos em 4 grupos: no grupo 1, os canais foram preenchidos com O-P1 (prote na morfogen tica), no grupo 2 com pasta de Ca(OH)₂ e no grupo 3 com MTA. O grupo 4 serviu como controle

negativo e os canais foram preenchidos com colágeno. A abertura coronária de todos os grupos foi selada com MTA. Os animais foram mortos após 12 semanas, e as peças foram processadas para avaliação microscópica, empregando-se o programa Image-Pro Plus para ler a quantidade de tecido mineralizado formado, assim como, o grau de inflamação adjacente à área do tecido neoformado. Os autores concluíram que o MTA promoveu formação de tecido mineralizado mais intensa do que os outros materiais. Não houve diferença estatística significativa na quantidade de tecido mineralizado neoformado entre os materiais testados. Da mesma forma, concluíram que não houve diferença estatística significativa quanto ao grau de inflamação entre os grupos avaliados.

Torabinejad e Chivian (1999) descreveram as indicações e os métodos de aplicação clínica do MTA como sendo: capeamento pulpar, em casos de pulpites reversíveis, pulpotomia, apicificações, reparo de perfurações radiculares não cirúrgicas e cirúrgicas, assim como a utilização em obturação retrógrada. Vários estudos *in vitro* e *in vivo* demonstram que o MTA evita a microinfiltração, salientam suas propriedades biológicas e explicam a capacidade de neoformação de tecido mineralizado, que além de ser bactericida e bacteriostático, é biocompatível, quando colocado em contato com a polpa dental ou com os tecidos perirradiculares.

Moretton *et al.* (2000) compararam a biocompatibilidade e o potencial osteocondutivo e osteoindutivo do MTA e do cimento EBA, após implantes subcutâneos e intraósseos em ratos. A reação tecidual foi avaliada aos 15, 30 e 60 dias após os implantes. Os implantes subcutâneos de MTA induziram, inicialmente, reações severas como necrose por coagulação, calcificação distrófica e áreas de fibrose. O infiltrado inflamatório era constituído de macrófagos, linfócitos e células plasmáticas, estando presentes, também, células gigantes tipo corpo estranho. Com o tempo, a reação tornou-se moderada. Já os implantes de cimento EBA induziram, inicialmente, reações moderadas com infiltrado predominantemente composto por linfócitos e alguns macrófagos. Com o decorrer do tempo, o material foi encapsulado por tecido conjuntivo fibroso e a inflamação foi predominantemente suave. Osteogênese não foi observada com nenhum dos materiais nos implantes subcutâneos, indicando que os materiais não foram osteoindutores. As reações teciduais aos implantes intraósseos, para ambos os materiais, foram menos intensas do que para os implantes subcutâneos. Ocorreu osteogênese associada à esses implantes, indicando que ambos os materiais são osteocondutores. Os dois

materiais foram considerados biocompatíveis. O EBA foi considerado de nível 2, isto é, materiais como guta-percha e óxido de zinco, que provocam uma resposta inicial de leve a moderada, que diminui com o tempo. Já o MTA, foi considerado de nível 3, assim como o hidróxido de cálcio, ou seja, o material induz uma resposta inflamatória inicial de moderada a severa, incluindo respostas teciduais como formação de células gigantes do tipo corpo estranho, necrose coagulativa e calcificações distróficas, e essa resposta diminui com o tempo.

Faraco e Holland (2001) analisaram histomorfologicamente a resposta da polpa de cães submetida ao capeamento com MTA e cimento de hidróxido de cálcio (Dycal). Foram utilizados três cães com oito meses de idade. Após anestesia e isolamento absoluto do campo operatório, realizou-se exposições pulparem com 0,5mm de diâmetro na face vestibular dos dentes. A hemorragia foi controlada com irrigações de água estéril e mechas de algodão autoclavadas. As polpas expostas foram protegidas com os materiais a serem testados, sendo os dentes selados com cimento de óxido de zinco e eugenol. Cada grupo experimental teve 15 dentes tratados. Após 2 meses, os animais foram mortos e as peças preparadas para análise microscópica. Os cortes teciduais foram seriados, com 6µm de espessura, e corados por H.E. e Brown & Breen. Os critérios analisados foram quanto à ponte de tecido mineralizado (continuidade, aspectos morfológicos, espessura, localização), reação inflamatória (crônica ou aguda, número de células e extensão da reação), presença de células gigantes, partículas de material capeador e microrganismo. Os resultados mostraram que em todos os espécimes capeados com MTA foram observadas pontes de tecido mineralizados do tipo tubular, sendo que em 8 espécimes foi observada uma pequena quantidade de tecido necrótico na porção superficial das pontes, e em muitos casos, esta se apresentava com pequenas irregularidades e morfologia distinta. Não foram observados infiltrados inflamatórios e microrganismos nos espécimes tratados com MTA. Já com o Dycal, foram constatadas pontes de tecido mineralizado em somente 5 casos, sem inflamação e sem zona de necrose superficial. Em 12 dos 15 espécimes do grupo do hidróxido de cálcio apresentaram processo inflamatório crônico, onde em 11 casos foram observadas partículas do material dispersas no tecido e no citoplasmacrófos. Bactérias gram-positivas foram encontradas na polpa coronária de 4 espécimes desse grupo. Os autores concluíram que o MTA foi superior ao cimento de hidróxido de cálcio como capeador pulpar. Isto se deve à sua capacidade seladora,

biocompatibilidade, alcalinidade e outras propriedades associadas com esse material.

O processo de reparo de perfurações radiculares laterais intencionais após selamento com MTA foi avaliado por Holland *et al.* (2001c). Quarenta e oito canais radiculares de dentes de cães foram instrumentados e obturados com cimento e cones de guta-percha. A seguir, foi realizada a remoção parcial da obturação e uma perfuração intencional com broca na área lateral da raiz. As perfurações foram, então, seladas com MTA ou cimento Sealapex (grupo controle). A análise microscópica foi efetuada 30 e 180 dias após o tratamento. Os resultados mostraram ausência de inflamação e deposição de cimento sobre o MTA, na maioria dos espécimes. No período de 180 dias, o grupo do Sealapex exibiu inflamação crônica em todos os espécimes e pequena deposição de cimento sobre o material, em somente 3 casos. Concluíram que o MTA apresentou melhores resultados que o grupo controle.

Holland *et al.* (2002) investigaram a reação do tecido conjuntivo subcutâneo de ratos frente à implantação de tubos de dentina preenchidos com MTA branco (ProRoot). Os animais foram sacrificados após 7 e 30 dias. As peças não descalcificadas foram preparadas para análise microscópica. Cortes teciduais de 10µm foram realizados, empregando-se um micrótomo de tecido duro, e depois foram analisados com luz polarizada e técnica de Von Kossa para tecidos mineralizados. Os resultados observados foram os mesmos nos dois períodos experimentais, apresentando numerosas granulações birrefringentes à luz polarizada e uma estrutura irregular semelhante a uma ponte foi observada próximo ao material, ambos Von Kossa positivo. Os resultados foram similares aos reportados para o MTA cinza, indicando que os mecanismos de ação do MTA branco e cinza são similares.

Tziafas *et al.* (2002) realizaram um estudo para verificar o efeito dentinogênico do MTA após capeamento pulpar. Foram feitas exposições pulpares em cavidades classe V de 33 dentes de 3 cães, entre 12 e 18 meses de idade, e sobre as polpas expostas aplicaram uma camada de MTA pressionando-a levemente com uma bolinha de algodão umedecida. As cavidades foram, então, restauradas com amálgama. As respostas pulpares de 21 dentes foram avaliadas por meio de microscopia eletrônica de transmissão (TEM) e de 6 dentes por microscopia eletrônica de varredura (SEM) após intervalos de 1, 2 e 3 semanas. Decorrido o

período de uma semana, os autores observaram uma zona homogênea de estrutura cristalina iniciando sua formação ao longo da interface MTA/polpa, ao mesmo tempo em que células pulpares com mudanças em seu estado citológico e funcional estavam depositadas próximas aos cristais. Após duas semanas, deposição de um tecido mineralizado de forma osteóide foi observada em todos os dentes em contato íntimo com o material capeador e com estruturas cristalinas. Depois de três semanas uma barreira de tecido mineralizado obliterando todo tecido pulpar foi observada. De acordo com os autores, essa barreira era formada por uma camada irregular de osteodentina e uma matriz de dentina composta por células alongadas, identificadas por meio de microscopia eletrônica de varredura como estrutura de dentina reparadora. Os autores concluíram que o MTA é um material capeador efetivo, capaz de estimular a formação de dentina reparadora através do mecanismo de defesa da polpa.

Duarte *et al.* (2003) avaliaram o pH e a liberação de íons de cálcio do ProRoot MTA e MTA-Angelus após 3, 24, 72 e 168 horas. Utilizaram 5 tubos de plástico, preenchidos com cada material e os colocaram em recipientes de plástico contendo água destilada. Os resultados mostraram que os valores pH e da liberação de íons de cálcio foram significativamente mais altos no MTA-Angelus do que o ProRoot MTA. A liberação de íons de cálcio e o pH em ambas as matérias inicialmente foram altos. Os dois materiais liberam cálcio e promovem o pH alcalino com valores altos, durante o período inicial.

Em outro estudo, Thomson *et al.*, (2003) investigaram a capacidade de cementoblastos sofrerem diferenciação quando em contato com o MTA por meio da marcação de proteínas específicas para a mineralização. O MTA foi preparado em condições assépticas e mantido incubado a 5% CO₂ e a 37°C para presa final por 24h. Em seguida foi colocado em contato com os cementoblastos e novamente incubado por 7 e 12 dias. Para detectar a expressão de osteocalcina utilizou-se um microscópio confocal e anticorpos policlonais específicos para essa proteína. Os resultados mostraram que, em ambos os períodos, houve a formação de osteocalcina. Os autores concluíram que o MTA apresenta a capacidade de produzir matriz mineralizada pelos cementoblastos.

No mesmo ano, Aeinehchi *et al.* (2003) compararam o agregado de trióxido mineral (ProRoot) com o hidróxido de cálcio (Dycal) quando usados como capeadores pulpares em dentes de humanos. Foram utilizados onze pares de

terceiros molares superiores de pessoas entre 20 e 25 anos de idade, os quais tinham indicação para a extração. Os dentes foram abertos mecanicamente e a polpa exposta foi recoberta com ProRoot ou Dycal, e o selamento das aberturas feito com ZOE e amálgama. Um total de 14 dentes foram extraídos, nos seguintes períodos: após uma semana (2 molares), dois meses (3 molares), três meses (5 molares), quatro meses (2 molares) e seis meses (2 molares). Os ápices dos dentes foram seccionados imediatamente após as extrações para penetração da solução fixadora, e deixados nesta por uma semana. Passado este período as peças foram descalcificadas em ácido fórmico 10% de 2 e 3 semanas, e, então, preparadas para análise microscópica. Seis cortes de 100µm foram realizados no sentido vestibulopalatino em cada peça, e corados por H.E. A análise microscópica consistiu em observar a severidade, tipo e localização da inflamação, presença de necrose, hiperemia e calcificações em áreas fora da ponte de dentina e camada odontoblástica. A espessura da ponte dentinária foi medida empregando-se um software de computador (Adobe Photoshop 6). Os resultados mostraram menor inflamação, hiperemia e necrose, como também maior espessura da ponte de dentina e maior frequência de formação da camada odontoblástica com o ProRoot do que com o Dycal. Os autores concluíram que o MTA (ProRoot) é superior ao cimento de hidróxido de cálcio (Dycal) quando utilizados como capeador de polpas de dentes humanos, e que futuras pesquisas com maior número de espécimes e maior tempo de controle devem ser realizados.

Fridland e Rosado (2003) avaliaram a solubilidade e a porosidade do MTA em diferentes proporções de água. No estudo, determinaram a composição química dos sais dissolvidos no MTA. Utilizaram quatro proporções de água (0,26, 0,28, 0,30 e 0,33 ml) por 1g de cimento para cada seis corpos de prova, sendo a última a proporção recomendada pelo fabricante. Para a determinação do grau de porosidade e solubilidade, aumentava-se a proporção de água no pó. Os resultados mostraram diferença estatisticamente significante e as misturas se comportaram mais solúveis e porosas quando tinham maior quantidade de água. A análise química dos sais dissolvidos no MTA identificou a presença de cálcio como seu maior componente (482 mg/lit). Esta capacidade de liberar cálcio pode ser significativa para a clínica, porque dá ao MTA capacidade para induzir a mineralização.

No ano seguinte, 2004, Ferris e Baumgartner (2004) avaliaram a capacidade de selamento de perfurações de furca de dois tipos de MTA, em molares superiores e inferiores humanos extraídos, usando o modelo experimental para infiltração de bactérias anaeróbicas. Foram selecionados 40 dentes, aleatoriamente, que tiveram suas coroas removidas e 5 mm no terço apical. As perfurações foram realizadas no centro do assoalho, em alta rotação, com broca número 330 e ampliadas com lima calibre 80, passando 5 mm além da superfície dental. Logo após, os dentes foram divididos em dois grupos experimentais, com 18 cada, deixando 2 dentes para controle positivo e 2 para o grupo controle negativo. Os dois tipos de MTA utilizados foram: grupo I – MTA cinza (fórmula original) e grupo II – MTA branco (novo material). Os dentes foram montados em matrizes, para mantê-los a 37°C e com 100% de umidade e o meio de cultura utilizado foi específico para o *Fusobacterium nucleatum*. Uma vez selados, os dentes foram armazenados em câmara anaerobiótica a 37°C e observados diariamente. As avaliações da infiltração bacteriana chegaram a 60 dias e os resultados mostraram que dois dos 18 espécimes selados com MTA cinza e três dos selados com MTA branco permitiram infiltração bacteriana, mas não houve diferença estatisticamente significativa entre os dois tipos de MTA na prevenção da infiltração do *Fusobacterium nucleatum*.

2.2 CIMENTO PORTLAND E MTA

De acordo com a Associação Brasileira de cimento Portland (ABCP), o mesmo é um material conhecido dos antigos egípcios. Ganhou o nome atual no século XIX graças à semelhança com as rochas da ilha britânica de Portland. O cimento pode ser definido como um pó fino, com propriedades aglomerantes, aglutinantes ou ligantes, que endurece sob a ação de água. Na forma de concreto, torna-se uma pedra artificial, que pode ganhar formas e volumes, de acordo com as necessidades. Graças a essas características, o concreto é o segundo material mais consumido pela humanidade, superado apenas pela água.

Segundo Arnaldo Forti Battagin, a palavra é originada do latim CAEMENTU, que designava, na velha Roma, espécie de pedra natural de rochedos e não esquadrejada. A origem do cimento remonta há cerca de 4.500 anos. Os imponentes monumentos do Egito antigo já utilizavam uma liga constituída por uma mistura de gesso calcinado. As grandes obras gregas e romanas, como o Panteão e o Coliseu,

foram construídas com o uso de solos de origem vulcânica da ilha grega de Santorino ou das proximidades da cidade italiana de Pozzuoli. Tais solos possuíam propriedades de endurecimento sob a ação da água.

O grande passo no desenvolvimento do cimento foi dado em 1756 pelo inglês John Smeaton, que conseguiu obter um produto de alta resistência por meio de calcinação de calcários moles e argilosos. Em 1818, o francês Vicat obteve resultados semelhantes aos de Smeaton, pela mistura de componentes argilosos e calcários. Vicat é considerado o inventor do cimento artificial. Em 1824, o construtor inglês Joseph Aspdin queimou, conjuntamente, pedras calcárias e argila, transformando-as num pó fino. Percebeu que obtinha uma mistura que, após secar, tornava-se tão dura quanto às pedras empregadas nas construções. A mistura não se dissolvia em água e foi patenteada pelo construtor no mesmo ano, com o nome de cimento Portland, que recebeu esse nome por apresentar cor e propriedades de durabilidade e solidez semelhantes às rochas da ilha britânica de Portland.

No Brasil, estudos para aplicar os conhecimentos relativos à fabricação do cimento Portland ocorreram aparentemente em 1888, quando o comendador Antônio Proost Rodovalho empenhou-se em instalar uma fábrica na fazenda Santo Antônio, de sua propriedade, situada em Sorocaba-SP. Várias iniciativas esporádicas de fabricação de cimento foram desenvolvidas nessa época. Assim, chegou a funcionar durante apenas três meses, em 1892, uma pequena instalação produtora na ilha de Tiriri, na Paraíba, cuja construção data de 1890, por iniciativa do engenheiro Louis Felipe Alves da Nóbrega, que estudara na França e chegara ao Brasil com novas idéias, tendo, inclusive, o projeto da fábrica pronto e publicado em livro de sua autoria. Atribui-se o fracasso do empreendimento não à qualidade do produto, mas à distância dos centros consumidores e à pequena escala de produção, que não conseguia competitividade com os cimentos importados da época.

A usina de Rodovalho lançou em 1897 sua primeira produção – o cimento marca Santo Antônio – e operou até 1904, quando interrompeu suas atividades. Voltou em 1907, mas experimentou problemas de qualidade e extinguiu-se definitivamente em 1918. Em Cachoeira do Itapemirim, o governo do Espírito Santo fundou, em 1912, uma fábrica que funcionou até 1924, com precariedade e produção de apenas 8.000 toneladas por ano, sendo, então, paralisada, voltando a funcionar em 1935, após modernização.

Todas essas etapas não passaram de meras tentativas que culminaram, em 1924, com a implantação pela Companhia Brasileira de Cimento Portland de uma fábrica em Perus, Estado de São Paulo, cuja construção pode ser considerada como o marco da implantação da indústria brasileira de cimento. As primeiras toneladas foram produzidas e colocadas no mercado em 1926. Até então, o consumo de cimento no país dependia exclusivamente do produto importado. A produção nacional foi gradativamente elevada com a implantação de novas fábricas e a participação de produtos importados oscilou durante as décadas seguintes, até praticamente desaparecer nos dias de hoje.

Já na Odontologia, Estrela *et al.* (2000) investigaram a composição química e a capacidade antimicrobiana do MTA, cimento Portland, pasta de Ca(OH)_2 , Sealapex[®] e Dycal[®]. Quatro tipos de cepas bacterianas provenientes da ATCC (American Type Culture Collection) foram utilizadas: *Staphylococcus aureus*, *Enterococcus Faecalis*, *Pseudomonas aeruginosa* e *Bacillus subtilis*. Um tipo de fungo também foi empregado neste estudo: a *Cândida albicans*, proveniente da USP-SP. Inicialmente, realizou-se o teste de difusão e inibição em agar. Os resultados mostraram que apenas o Ca(OH)_2 promoveu halos de inibição de 6 a 9,5mm. Já os demais cimentos testados, com exceção do Dycal, promoveram apenas halos de difusão. O Dycal não apresentou halos de difusão ou inibição. Em seguida, utilizando-se da espectrofotometria de fluorescência, analisou-se a composição química dos elementos presentes no MTA e em duas amostras do cimento Portland. Os autores concluíram que os elementos químicos presentes no MTA são os mesmos do cimento Portland, com exceção do Bismuto presente somente no MTA, sendo responsável pela sua radiopacidade. Segundo os autores o cimento Portland é composto de: CaO (58,5%), SiO_2 (17,7%), Al_2O_3 (4,5%), MgO (3,3%), SO_3 (3,0%), Fe_2O_3 (2,9%), K_2O (0,9%) e Na_2O (0,2%). Apesar da semelhança com o MTA o cimento Portland pode conter impurezas que podem afetar tanto a sua cristalização como provocar algum tipo de reação. Isto depende também de onde foi extraído o mineral. Concluíram, finalmente, que as semelhanças de composição química entre MTA e cimento Portland justificam os resultados obtidos neste estudo, onde ambos apresentaram praticamente a mesma atividade antimicrobiana.

A possibilidade de contaminação no MTA-Angelus[®] (cinza e branco), sem estarem esterilizados, e no cimento Portland (Votoran, Votorantim, São Paulo,

Brasil), de um saco aberto há dois meses foi avaliada por Duarte *et al.* (2002). As amostras foram inoculadas assepticamente em 3ml de caldo BHI e incubadas a 37°C por 24 horas e em 3ml de caldo de Sabouraud, acrescido de cloranfenicol, e incubadas a 25°C por 72 horas. Após incubação, os tubos foram homogeneizados e as amostras plaquetadas em meios específicos para o crescimento de Gram⁺, Gram⁻, *Staphylococcus*, *Pseudomonas*, *Enterococcus* e fungos. As placas com meio específico para bactérias foram incubadas a 37°C por 24 horas e as com meio específico para fungos foram mantidas a 25°C por 15 dias. Diante da metodologia empregada e da análise dos resultados, os autores concluíram que os materiais testados não apresentaram contaminação.

Em outro estudo, Abdullah *et al.* (2002) investigaram a biocompatibilidade de duas variantes do cimento Portland com acelerador (CPA) por meio da observação da citomorfologia de células de osteosarcoma (SaOS-2) na presença dos materiais testados e o efeito desses materiais na expressão de marcadores da remodelação óssea. Foram utilizados, para a comparação o cimento de ionômero de vidro (CIV), o MTA e o cimento Portland (CP) não modificado. Um ensaio de contato direto foi realizado em quatro amostras para cada material teste, coletadas com 12, 24, 48 e 72 horas. A morfologia celular foi registrada utilizando microscopia eletrônica de varredura (SEM). A análise microscópica mostrou células SaOS-2 saudáveis aderidas às superfícies das variantes do CPA, do CP e MTA. Em contraste, células arredondadas, em processo de morte celular, foram observadas junto ao CIV. O ELISA mostrou níveis significativamente elevados de IL-1 β , IL-6, IL-18 nas variantes do CPA comparado com controles e CIV ($p < 0.01$), no entanto esses níveis de citosinas não foram estatisticamente significantes quando comparados com o MTA. Sugeriram que as duas variantes do CPA não são tóxicas e possuem potencial para promover o reparo ósseo, mas estudos futuros sobre o CPA deveriam ser realizados com o intuito de desenvolver um possível material restaurador e para uso ortopédico.

Saidon *et al.* (2003) compararam o efeito citotóxico *in vitro* em cultura de células L929 e *in vivo* a reação do tecido ósseo de cobaias, após implantação de ProRoot MTA e cimento Portland. Para o estudo *in vitro*, os materiais foram colocados imediatamente após a mistura e presa. Foram incubados por 3 dias e se observou a morfologia e a contagem das células. Para o estudo *in vivo* realizaram 2 cavidades ósseas nas mandíbulas de 28 cobaias e implantaram recipientes de

teflon, preenchidos com os materiais recentemente misturados, no interior das cavidades ósseas. Os animais receberam um implante de ProRoot MTA e um cimento Portland e foram mortos depois de 2 e 12 semanas. Não existiu diferença nas reações celulares *in vitro* e em períodos experimentais foi observado tecido ósseo saudável e mínima resposta inflamatória adjacente aos implantes de ProRoot MTA e cimento Portland. Como ambos os materiais foram bem tolerados *in vitro* e *in vivo*, os autores concluíram que o cimento Portland tem o potencial de ser usado como um material de retrobturação mais barato.

Islam *et al.* (2006) investigaram quais os principais elementos químicos constituintes do ProRoot MTA cinza, ProRoot MTA branco, cimento Portland cinza e cimento Portland Branco empregando difractometria de Raio X do pó dos materiais. Realizaram a difractometria de Raios X com uma divergência e conjunto de fendas de dispersão de 1° e a fenda de recepção em 0.10mm. A média de escaneamento foi de $0-70^{\circ}$ e escaneamento contínuo para $0-20$ e velocidade de 2° por minuto. Compararam os valores obtidos com o arquivo de difração do pó do Centro Internacional de base de dados de difração. Empregaram os picos mais fortes para identificação dos constituintes. Observaram que os principais constituintes foram o silicato tricálcio, aluminato tricálcio, silicato de cálcio, e eluminiferrita tetracálcico em todos os materiais, com presença adicional de óxido de bismuto no ProRoot MTA cinza e branco. Concluíram que os quatros cimentos apresentaram constituintes semelhantes. Conhecimentos sobre o cimento Portland podem ser empregados para desenvolvimento e mudanças no MTA buscando melhorar suas características físicas e expandir seu campo de aplicação clínica.

Song *et al.* (2006) analisaram a composição química e a estrutura cristalina do cimento Portland, ProRoot cinza, ProRoot branco, e MTA Angelus cinza. Empregaram o método de difração por raios X para identificar e caracterizar a fase cristalina e o método de espectrometria por energia dispersiva de raios X para determinar a composição química dos materiais. Examinaram o pó e o material após presa. Constataram que a estrutura cristalina e composição química dos MTAs foram semelhantes, exceto para a presença de ferro no MTA cinza. Ambos os MTAs eram compostos principalmente de óxido de bismuto e óxido de silicato de cálcio. O cimento Portland era composto basicamente de óxido de silicato de cálcio, não apresentando óxido de bismuto. Notaram, também, diferenças entre o pó e a estrutura cristalina da matéria pós presa em alguns dos materiais testados.

Concluíram que o cimento Portland diferiu do MTA devido a ausência de bismuto e presença de íons potássio. O MTA cinza apresentou consideravelmente maior quantidade de íon ferro em relação ao MTA branco. O MTA Angelus apresentava menor quantidade de óxido de bismuto que o ProRoot MTA.

Ainda no mesmo ano, Morais *et al.* (2006) avaliaram a biocompatibilidade do cimento Portland associado a 20% de iodofórmio em peso, e compararam os resultados com os do MTA (ProRoot). Empregaram 18 ratos Wistar albinos, que foram divididos em três grupos de 6 animais cada. Manipularam os materiais e implantaram em subcutâneo de rato, implantando, também um tubo vazio que serviu de controle. Após os períodos de 7, 30 e 60 dias da implantação, os animais foram mortos, removido os tecidos conjuntamente com os tubos, realizando o processamento histológico e analisado quanto a intensidade da resposta inflamatória, tecido de granulação, e espessura de cápsula fibrosa. Os dados foram comparados estatisticamente. Observaram que no período de 7 e 30 dias não houve diferença significativa entre os materiais e o controle, porém, em 60 dias houve maior reação tecidual dos materiais testados, em relação ao controle. Concluíram que o cimento Portland acrescido de iodofórmio apresentou biocompatibilidade semelhante àquela do MTA, nos três períodos analisados. Ainda em 60 dias, a organização da cápsula fibrosa ao redor do cimento Portland com iodofórmio apresentava-se mais organizada que a do MTA, no entanto a reação inflamatória de ambos os materiais era mais intensa que a do tubo vazio.

2.3 Métodos de avaliação das propriedades físico-químicas

O pH da dentina de dentes extraídos que tiveram seus canais preparados e preenchidos com pasta de hidróxido de cálcio, foi estudado por Nerwich *et al.* (1993). Esses autores realizaram a medida durante um período de 4 semanas, com auxílio de peagômetro e microeletrodos colocados em pequenas cavidades na dentina, interna e externamente ao canal, nos terços apical e cervical. Verificaram que o pH aumentou dentro de horas na dentina interna, tanto no terço cervical onde foi registrado pH de 10,8, como, no apical, com pH de 9,7. No entanto, foram necessários de 1 a 7 dias para que o pH começasse a aumentar na dentina externa, alcançando um pico de 9,3 na dentina cervical e 9 na apical, depois de 2 a 3

semanas. Concluíram que os íons hidroxila, derivados do curativo de hidróxido de cálcio, difundem-se através da dentina radicular. A difusão é mais rápida e maior na região cervical. Concluíram, também, que os íons se difundem pouco quando a superfície radicular está intacta, isto é, sem perda de cimento.

Tamburic *et al.* (1993) determinaram o pH e liberação de íons cálcio de materiais que não tomam presa, sendo eles o Calcipulp, Calxyl red, Calxyl blue e Cinacanal, e materiais que tomam presa, Dycal Nu-cap e Reolit. Empregaram um potenciômetro para as medidas. Efetuaram a avaliação após 30 min., 2, 4, 6, 8, 24 e 48 horas da imersão do material em solução. Verificaram que os materiais que não tomam presa, liberaram significativamente mais íons cálcio e hidroxila do que aqueles que tomam presa. Em relação aos materiais que tomam presa observaram maior liberação para o Dycal. Atribuíram menor liberação de íons cálcio, dos que tomam presa, à formação de salicilato de cálcio após mistura das pastas base e catalisadora.

Siqueira *et al.* (1995) testaram três propriedades físico-químicas, dentre elas o pH proporcionado por cimentos obturadores que contêm hidróxido de cálcio (Sealapex, Apexit e Sealer 26). Como parâmetro de comparação empregaram o Fillcanal derivado do O.Z.E. As outras duas propriedades testadas foram a seladora e a fluidez. Para o pH utilizaram um peagômetro digital, realizando a medição depois de 30, 60 minutos e 7 dias. Verificaram que todos os materiais testados que contêm hidróxido de cálcio alcalinizaram o meio. Concluíram que os cimentos que contêm hidróxido de cálcio possuem propriedades significativamente superiores ao cimento de óxido de zinco e eugenol.

Staehele *et al.* (1995), empregando um corante (vermelho cresol), verificaram a alcalinidade de dentes humanos quando tiveram os canais preenchidos com pastas e cimentos contendo hidróxido ou óxido de cálcio. Averiguaram, também, a influência da remoção da *Smear Layer* na promoção da alcalinidade da dentina. Concluíram que a pasta Pulpdent, uma solução aquosa de hidróxido de cálcio produziu a maior alcalinização. A remoção da *Smear Layer* levou ao aumento da alcalinidade a localizações dentinárias distantes do canal. Um efeito menor foi mostrado pelo Sealapex e uma pasta com veículo oleoso (Gangrena Merz) sendo ambos, materiais indicados para obturação. Com a remoção da *Smear Layer*, estes dois materiais alcalinizaram moderadamente a dentina adjacente. Apenas o Apexit, outro cimento obturador, não foi capaz de alcalinizar nem mesmo a dentina

adjacente. Afirmaram que a liberação de íons hidroxila não é apenas influenciada pela quantidade absoluta de hidróxido de cálcio, mas também por outros ingredientes que, variavelmente, inibem a liberação deste íon.

Rehman *et al.* (1996), por meio de um estudo *in vitro*, determinaram a quantidade e duração da difusão de íons cálcio de um cimento obturador (Apexit) e uma pasta empregada como curativo (Rootcal) que contém hidróxido de cálcio. Utilizaram dentes extraídos, sendo que em alguns, o cimento foi removido, simulando reabsorção dentária. Em um grupo os canais foram obturados com Apexit e técnica da condensação lateral, no outro os canais foram preenchidos só com a pasta. Imergiram os dentes em água deionizada e mediram o cálcio na solução com auxílio de eletrodo seletivo para cálcio nos períodos de 1, 2 e 3 dias e 1, 2, 3, 4 e 8 semanas. Verificaram que a liberação de cálcio com a pasta Rootcal foi maior do que com o Apexit durante todo o período avaliado. A difusão de íons cálcio ocorreu tanto pelo forame, como pelos túbulos nas áreas de reabsorção simulada. Ela foi maior no forame para a pasta Rootcal, enquanto que para o Apexit elas foram semelhantes.

No ano seguinte, Guigand *et al.* (1997) estudaram a penetração intra-tubular induzida por duas pastas, uma à base de óxido de cálcio e a outra à base de hidróxido de cálcio. Utilizaram dentes de porco que foram divididos em 3 grupos: O grupo A que serviu de controle, grupo B que foi preenchido com a pasta à base de óxido de cálcio e o grupo C, no qual foi utilizada a pasta à base de hidróxido de cálcio. Após os períodos de 8, 15 e 21 dias examinaram as amostras utilizando várias técnicas microanalíticas e, conjuntamente, pela dispersão de elétrons de imagem em microscopia eletrônica de varredura. Averiguaram que o raio cálcio/fósforo foi mais alto para as amostras com óxido de cálcio. Também, as distâncias sobre qual o raio cálcio/fósforo aumentava, era maior para o óxido de cálcio. Os resultados de microanálise foram confirmados pela análise de dispersão de elétrons.

Huang e Kao (1998) compararam o nível de pH superficial de três diferentes tipos de cimentos obturadores após a mistura em vários intervalos de tempo, *in vitro*. Espatularam os cimentos de acordo com as instruções do fabricante e incubaram a 37°C e 100% de umidade por 1 h, 24 h, 5 dias, 8 dias, 2 semanas, 3 semanas, 4 semanas, 5 semanas, 7 semanas. Calcularam o pH dos materiais nos vários períodos de tempo com o auxílio do peagômetro Twin. Verificaram que o cimento

resinoso AH26 apresentou o pH ácido em todos os períodos. O cimento de hidróxido de cálcio demonstrou pH alcalino em todos os períodos analisados. O cimento a base de óxido de zinco e eugenol (canals) teve o pH ácido nos períodos de 1 h, 2 h e 24 h, apresentando alcalinidade nos demais períodos analisados.

Duarte *et al.* (2000) avaliaram a capacidade de liberação de íons cálcio e o pH de três cimentos obturadores que contêm hidróxido ou óxido de cálcio em sua composição, foram avaliados o Sealapex®, o Apexit® e o Sealer 26®. Após imergirem tubos preenchidos com os materiais em 10mL de água destilada, os autores avaliaram o pH, por meio de um peagômetro, e a liberação de íons cálcio por meio de um espectrofotômetro de absorção atômica, nos períodos de 1, 2, 7, 15 e 30 dias, imergindo os espécimes em novas soluções, sempre após cada avaliação. O Sealer 26® apresentou maior média, quanto ao pH, no primeiro período (9,84), entretanto, a partir do segundo o Sealapex® apresentou médias estatisticamente superiores aos demais, atingindo, no último período, a maior média (10,99). Já, quanto à liberação de íons cálcio, o Sealapex® foi quem atingiu a maior média no primeiro período (5,84), porém, no período subsequente foi o Sealer 26® quem alcançou a maior média (4,77), entretanto, a partir da avaliação de 15 dias o Sealapex® foi sempre estatisticamente superior aos demais. Segundo os autores, essa variação entre os cimentos pode ter ocorrido devido à maior solubilidade que o Sealapex® apresenta, após sua presa.

Duarte *et al.* (2003) avaliaram o pH e a liberação de íons cálcio de dois materiais retrobturadores, o ProRoot® MTA e o MTA-Angelus®. Tubos de polietileno foram preenchidos com os materiais e imediatamente imersos em tubos de ensaio com 10mL de água deionizada. Os testes foram efetuados nos períodos de 3, 24, 72 e 168 horas, sendo o pH, analisado por meio de um peagômetro e a liberação de íons cálcio por meio de um espectrofotômetro de absorção atômica, sempre colocando os espécimes em um novo tubo de ensaio com o mesmo volume da água após cada avaliação. Ambos os cimentos demonstraram ótimo potencial de alcalinização, atingindo, no último período, pH 9,22 para o ProRoot MTA®, e 9,30 para o MTA-Angelus®. Essa ligeira supremacia do MTA-Angelus® também foi notada quando avaliada a liberação de íons cálcio, com esse material alcançando índices maiores quando comparados aos do ProRoot® MTA em todos os períodos. Segundo os autores, esse fato pode ser devido à maior proporção de cimento Portland na composição do MTA-Angelus®

Um ano depois, Andrade Ferreira *et al.* (2004) avaliaram o valor do pH e a capacidade de liberação de íons cálcio de materiais à base de hidróxido de cálcio utilizados como medicação intra-canal. Foram avaliadas as pastas Calen® com paramonoclorofenol canforado (veículo viscoso), uma pasta de hidróxido de cálcio manipulada com soro fisiológico, a Pasta LC® (pasta de hidróxido de cálcio com veículo oleoso), e cones de guta-percha com hidróxido de cálcio e guta-percha. Tubos preenchidos com os materiais foram imersos em água deionizada e avaliados quanto ao pH nos períodos de 1, 2, 8 e 24 horas, 1, 2, 3, e 4 semanas. Já para o cálcio, além dos períodos em que foi avaliado o pH, foram incluídas avaliações de 0, 5, 10, e 20 minutos. Em ambas as avaliações, os espécimes permaneceram no mesmo tubo por todo o período experimental. A determinação do pH ocorreu por meio de um peagômetro e da liberação de íons cálcio por meio de um espectrofotômetro de luz (método colorimétrico). Os valores tanto de pH quanto de liberação de íons cálcio foram maiores ao final do período experimental para o grupo em que se utilizou a pasta manipulada com soro fisiológico, apesar de a pasta Calen® ter exibido índices mais elevados até a avaliação de 8 horas para o pH e de 3 semanas para a liberação de íons cálcio. Os demais grupos não demonstraram poder de alcalinização e liberação de íons cálcio satisfatórios.

Duarte *et al.* (2004) avaliaram o pH e a liberação de íons cálcio de cimentos obturadores de canais, seguindo a mesma metodologia citada nos trabalhos de 2000 e 2003, porém, desta feita, não foi realizada a transferência dos espécimes para novos tubos de ensaio, permanecendo, durante todo o período experimental, na mesma solução. Foram feitas avaliações do AH Plus® e de cimentos produzidos por meio da adição de 5% e 10% de hidróxido de cálcio ao mesmo. Como era esperado, a capacidade alcalinizadora e a liberação de íons cálcio foram maiores em função da maior adição de hidróxido de cálcio ao cimento AH Plus.

Duarte *et al.* (2005) estudaram a liberação de arsênio proporcionada por dois cimentos Portland cinza (Votoran e Ribeirão), um cimento Portland branco (Irajá) e dois MTAs cinza comerciais (ProRoot e MTA-Angelus). Manipularam os materiais e colocaram em tubos plásticos que foram imersos em frascos de vidro contendo água com grau reagente pH 5.0. Nos períodos de 3 horas e 168 horas, os materiais foram trocados de frascos e a água dos frascos nos quais as amostras estavam imersas foram analisadas em espectrofotometria de absorção atômica quanto à presença de arsênio. Observaram que os níveis de arsênio liberado pelos

MTAs e cimento Portland foram semelhantes e com valores extremamente baixos, em parte por bilhão. Concluíram que quanto a liberação de arsênio, os MTAs e os cimentos Portland mostraram-se seguro para uso clínico.

Santos *et al.* (2005) avaliaram dois materiais retro-obturadores quanto à capacidade de liberação de íons cálcio, pH, e condutividade. Os autores testaram o MTA-Angelus® e um novo material desenvolvido a partir do cimento Portland, porém, com alterações que lhe conferem menor tempo de presa e maior facilidade de manipulação quando comparado a outros cimentos com base no cimento Portland. Tubos preenchidos com os materiais foram imersos em 10mL de água deionizada. Para a determinação do pH foi utilizado um pHmetro digital, e a de íons cálcio liberados foi realizada por meio de um espectrofotômetro de absorção atômica. As avaliações foram feitas nos seguintes períodos: 24, 48, 72, 96, 192, 240 e 360 horas, sempre transportando os espécimes para um novo tubo de ensaio após cada avaliação. Não houve diferença entre os materiais quanto ao pH, ambos atingiram o pico de alcalinidade (próximo a 10,5) nas primeiras 24 horas, e a partir daí tiveram a alcalinidade reduzida até registrarem uma estabilização em valor ligeiramente inferior a 8. Quanto ao cálcio, o MTA experimental atingiu um pico de liberação significativamente maior que o MTA-Angelus® nas primeiras 24 horas. Nos demais períodos ambos os materiais demonstraram índices de liberação semelhantes e proporcionais ao tempo que permaneceram imersos.

Chng *et al.* (2005) avaliaram, dentro das propriedades químicas, o pH de materiais retroobturadores. Foram avaliados o ProRoot® MTA cinza, o ProRoot® MTA branco e um material experimental à base de MTA (VERRM), porém, com consistência e manuseio semelhantes ao IRM® e Super EBA. O pH foi determinado por meio de introdução de um micro-eletrodo de um pHmetro na intimidade do cimento durante o período de presa, tendo sido realizadas avaliações nos períodos de 0, 30 e 60 minutos. Os três materiais foram estatisticamente semelhantes ao final da manipulação e aos 30 minutos, porém, aos 60 minutos o ProRoot® MTA branco apresentou-se significativamente ($P < 0,05$) superior aos demais, alcançando média levemente superior a 13, já os outros materiais atingiram médias de pH entre 12,6 e 12,8 sendo semelhantes entre si.

Bortoluzzi *et al.* (2006) avaliaram a influência da adição de 10% de cloreto de cálcio, indicado com o acelerador de presa, no pH e liberação de íons cálcio no ProRoot® MTA, MTA branco e cimento Portland branco. Os materiais foram

manipulados e colocados em tubos de polietileno e a seguir, imersos em 10 mL de água deionizada. Os tempos de avaliação foram de 30 minutos, 60 minutos e 24 horas. Um peagômetro e um espectrofotômetro de absorção atômica foram utilizados para avaliação das propriedades. A comparação entre os produtos sem e com a adição do cloreto de cálcio indicou que a presença dessa substância aumentou ligeiramente o pH, contudo, os resultados foram muito similares. Em adição, produtos com o cloreto de cálcio liberam mais cálcio em relação ao material puro no período de 24 horas. Os resultados mostraram que a adição do cloreto de cálcio ao MTA realça as propriedades físico-químicas do produto.

Asgary *et al.* (2006) compararam a composição e tamanho de partícula do MTA cinza e branco por meio da análise de energia dispersiva de raios X em um microscópio eletrônico de varredura. Verificaram que o tamanho da partícula foi menor no MTA branco. Pela energia dispersiva de raios X constataram que os maiores componentes (Cálcio, Sílica e bismuto) são semelhantes em ambos os materiais, porém, com relação aos menores elementos (alumínio, magnésio e particularmente ferro), estão consideravelmente em menor quantidade no MTA branco, que pode estar relacionado à diferença de cor. Verificaram que em nenhum material foi constatada a presença de fósforo, um dos maiores constituintes da formulação original.

Tanomaru-Filho *et al.* (2009) analisaram o pH e liberação de íons cálcio dos cimentos: Selaer 26 (S26), MTA-Angelus branco (MTA), Endo CPM Sealer (CPM1), Endo CPM Sealer consistência espessa (CPM2), e cimento de óxido de zinco e eugenol (OZE). Para isso, manipularam os materiais e inseriram no interior de 10 tubos por grupo, que foram imediatamente imersos individualmente em frascos contendo 10 mL de água deionizada. Após 3, 6, 12, 24, e 48 horas, 7, 14 e 28 dias, o pH foi aferido com peagômetro e o cálcio liberado por meio de espectrofotometria de absorção atômica. Um tubo vazio foi empregado como controle. Observaram que no controle, o pH da água foi de 6.9 e não se observou presença de cálcio em todos os períodos. Nos grupos experimentais, o S26 apresentou maior pH em 12 horas, nos períodos de 24 até 28 dias, o S26, MTA, CPM1, CPM2 apresentaram resultados semelhantes ($P > 0,05$). Em todos os períodos, o OZE apresentou menores valores de pH e liberação de cálcio. CPM1, seguido do CPM2, liberaram mais cálcio até 24 horas ($P < 0,05$). Entre 48 horas e 7 dias CPM1 e CPM2 apresentaram as mais altas liberações. As maiores liberações de íons cálcio foi para o CPM2 seguido do CPM1,

aos 14 dias e para S26, CPM1, e CPM2, aos 28 dias. Concluíram que o Selaer 26, MTA, CPM sealer em consistência normal e espessa, liberaram íons hidroxila e cálcio. Concluíram também que o CPM sealer pode ser uma alternativa como material obturador retrógrado.

De-Deus *et al.* (2009) determinaram a quantidade de arsênio (As) em alguns tipos de MTA e cimento Portland. Analisaram a presença de espécies de arsênio (As (III), As (V), e ácido dimetilarsínico) em cromatografia líquida de alto desempenho (HPLC) usando uma forte coluna de conversão aniônica em arsina pela linha HG. O instrumental acoplado HPLC-HG-SAF (espectrofotometria de fluorescência atômica) foi aplicado a 0.2 g de cada material que foi previamente dissolvido em uma solução de ácido clorídrico, ácido nítrico e ácido tetrafluorbórico. Os dados foram expressos em parte por bilhão e comparados estatisticamente pelo teste de análise de variância. Verificaram que em todos os cromatogramas, apenas o As (III) foi detectado. A quantidade mínima de arsênio foi detectada em amostras de ProRoot MTA branco e o máximo nas amostras de MTA Bio Angelus. No ProRoot MTA cinza, MTA-Angelus cinza e cimento Portland Juntalider não se detectou nenhum traço de arsênio. Nos cimentos Irajazinho e MTA-Angelus branco, os valores foram intermediários ao valores máximo e mínimo. Na comparação estatística não se observaram diferenças significantes ($P > 0,05$) entre os grupos. Concluíram que todos os materiais analisados mostraram traços insignificantes de arsênio III, não sendo detectado arsênio V e ácido dimetilarsínico.

Ainda, no mesmo ano, Vasconcelos *et al.* (2009) analisaram o pH e liberação de íons cálcio de 6 materiais empregados em obturação retrógrada. Analisaram o ProRoot MTA cinza, MTA-Angelus cinza, MTA-Angelus branco, CPM, e dois experimentais MTA-experimental (à base de cimento Portland com líquido modificado), e MBPC (Cimento à base de resina epóxica contendo hidróxido de cálcio), que foram manipulados, inseridos no interior dos tubos e imersos em 10 mL de água deionizada. Nos períodos de 3, 24, 72 horas e 168 horas aferiram o pH com um peagômetro e o cálcio liberado em espectrofotometria de absorção atômica. Observaram que todos os materiais analisados apresentaram pH alcalino e capacidade de liberar cálcio; uma tendência de redução destas características foi observada para todos os materiais, com exceção do MBPC, que mostrou um leve aumento de pH entre os três períodos iniciais. Concluíram que todos os materiais investigados apresentaram pH alcalino e capacidade de liberar cálcio.

Bortoluzzi *et al.* (2009) analisaram a radiopacidade do cimento Portland branco associado com óxido de bismuto, sulfato de bário, iodofórmio e óxido de zircônio, empregando o cimento Portland puro e o MTA Branco como controles negativo e positivo. Empregaram para a realização dos testes as normas recomendadas pela ISO 6876/2001, 5 espécimes circulares (10mm X 1mm) de cada material foram preparadas. Após a presa dos materiais, realizaram radiografias empregando filme oclusal e, junto dos espécimes, em uma escala de alumínio graduada com espessura variando de 2 a 16mm. As radiografias foram digitalizadas e as radiopacidades foram comparadas empregando o programa Wixwin-2000 (Gendex). Os dados foram comparados estatisticamente empregando a Análise de Variância e o teste de Tukey. O cimento Portland com óxido de Bismuto e o MTA branco apresentaram os maiores valores de radiopacidade (5,85 e 5,72 mmAl respectivamente), seguidos pelo cimento Portland com óxido de zircônio (3,87 mmAl), cimento Portland com iodofórmio (3,30 mmAl), sendo que os menores valores ocorreram para o cimento Portland com sulfato de bário e cimento Portland Puro (2,35 mmAl e 1,69 mmAl, respectivamente) que foram menores do mínimo recomendado pela norma ISO. Concluíram que todos os materiais testados apresentaram radiopacidade aceitáveis, exceto o cimento Portland com sulfato de bário e o cimento Portland puro.

Camilleri e Gandolfi (2010) investigaram o pH do cimento Portland acrescido com diferentes radiopacificadores, para uso em obturações retrógradas. Acrescentaram sulfato de bário, ou limalha de ouro ou de prata ao cimento Portland. Tanto o cimento Portland puro como os acrescidos com radiopacificadores foram manipulados com água destilada. Empregaram como controle o IRM e o MTA. Para determinação do pH, confeccionaram discos dos materiais com 10mm de diâmetro. Os materiais, após a presa, foram imersos em água destilada ou solução simulando fluido corpóreo com pH 7.4. O pH foi medido após 1, 7, 14 21 e 28 dias por meio de um peagômetro. Verificaram que todos os materiais, com exceção do fluido corporeo exibiram pH alcalino. Não houve diferença entre o cimento Portland com radiopacificadores, cimento Portland e MTA. Concluíram que, quanto ao pH, outros radiopacificadores podem substituir o óxido de bismuto do MTA.

3 PROPOSIÇÃO

OBJETIVOS

3.1 GERAL

Avaliar as alterações sofridas pelo cimento Portland em seletivas propriedades físicas e químicas, após o acréscimo de quatro diferentes radiopacificadores ao material pelo método de proporcionamento 4:1 em peso, ou seja, 80% de cimento Portland e 20% de radiopacificador.

3.2 Específicos

- Avaliar as alterações na radiopacidade conferida ao material frente à adição de vinte por cento (em peso) de sulfato de bário, carbonato de bismuto, óxido de bismuto e iodofórmio.
- Avaliar o tempo de presa inicial e final do material frente concentrações dos radiopacificadores.
- Avaliar a solubilidade do material frente à adição de vinte por cento (em peso) de sulfato de bário, carbonato de bismuto, óxido de bismuto e iodofórmio.
- Avaliar o pH e a liberação de íons Cálcio do material frente à adição de vinte por cento (em peso) de sulfato de bário, carbonato de bismuto, óxido de bismuto e iodofórmio.

4 METODOLOGIA

4.1 MATERIAIS

4.1.1 CIMENTOS

Foram utilizados dois cimentos:

4.1.1.1 CIMENTO MTA Branco ANGELUS®

O MTA Branco da Angelus® é um produto da Indústria Angelus® Odontológica, localizada na cidade de Londrina, Paraná, Brasil.

Apresentação: uma embalagem contendo dois sachês de 0,14g do pó e um frasco com 3ml de água destilada. A proporção pó/líquido utilizada nos experimentos foi a mesma recomendada pelo fabricante, sendo, uma medida de pó (um sachê) para uma gota de água destilada. Após misturar obtinha-se um cimento arenoso e úmido. Segundo o fabricante, em contato com a água forma um gel coloidal que se solidifica formando uma estrutura rígida no intervalo de 15 minutos.

Composição do pó:

SiO₂ - Dióxido de silício

K₂O - óxido de potássio

Al₂O₃ - Alumina

Na₂O - Óxido de sódio

Fe₂O₃ - Óxido férrico

SO₃ - Trióxido de enxofre

CaO - Óxido de cálcio

Bi₂O₃ – Óxido de bismuto

MgO – Óxido de magnésio

O material apresenta também, resíduos insolúveis de:

Sílica cristalina

Óxido de cálcio

Sulfatos de potássio e sódio

4.1.1.2 CIMENTO PORTLAND (CP-II-E-32) VOTORAN® (Votorantin, São Paulo, Brasil)

O cimento Portland cinza Votoran® é um produto da Indústria Votorantim®, São Paulo, Brasil.

Apresentação: Sacaria – O cimento é vendido em sacos de papel que contém 40 ou 50 quilos.

Composição do pó: Calcário, argila e gesso.

4.1.2 RADIOPACIFICADORES:

Os Radiopacificadores usados neste estudo foram adquiridos da empresa SP Labor®, Campinas, SP, Brasil. Todos se apresentam, sob a forma de pó.

- 1- SULFATO DE BÁRIO
- 2- CARBONATO DE BISMUTO
- 3- ÓXIDO DE BISMUTO
- 4- IODOFÓRMIO

4.1.3 GRUPOS EXPERIMENTAIS:

Tabela 1 – Grupos e materiais utilizados na metodologia

GRUPOS	MATERIAL
I	CP VOTORAN®
II	CP + SULFATO DE BÁRIO
III	CP + CARBONATO DE BISMUTO
IV	CP + ÓXIDO DE BISMUTO
V	CP + IODOFÓRMIO
VI	MTA BRANCO ANGELUS®

4.2 MÉTODOS

Antes do detalhamento de cada teste especificamente é importante que se observe como os corpos de prova foram confeccionados em relação à:

4.2.1 Superfície para espatulação (Figura-1).



Figura 1 - Espatulação do MTA

4.2.2 Pesagem dos radiopacificadores (Figura-2).



Figura 2 - Pesagem dos radiopacificadores

4.2.3 MEDIDA DO LÍQUIDO

Para uma medição precisa do Líquido foi utilizada uma pipeta automática (Figura-3) com calibragem de mililitros (Figura-4) e um frasco confirmador de medida (Figura-5).



Figura 3 - Pipeta automática



Figura 4 - Calibração da pipeta para 0,300ml



Figura 5 - Frasco com marcação da medida padrão

4.2.4 TEMPO DE PRESA

A determinação do tempo de presa dos cimentos foi realizada tomando-se por base a especificação número 57 da ADA, normatização esta que aborda os ensaios que avaliam as propriedades físico-químicas de materiais obturadores (ESTRELA, 2005).

O ensaio foi realizado em condições de temperatura e umidade controladas, $37^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ e $95\% \pm 5\%$, respectivamente, em uma estufa úmida (Figura-6). Para a realização desta avaliação os cimentos, previamente proporcionados, foram espatulados e vertidos em anéis metálicos com 10 mm de diâmetro e 2 mm de altura (Figura-8). Foram confeccionados 3 (três) corpos de prova para cada cimento. Decorridos 10 minutos do início da espatulação, os espécimes foram submetidos à marcação com pressões verticais exercidas por agulhas de Gilmore (Figura-9), inicialmente, com a de 113,5g para determinação da presa inicial (Figura-10) e, posteriormente, com a de 453,5 g, para a presa final (Figura-12). Foram registrados os tempos decorridos desde o início da espatulação até o momento em que não foi mais possível visualizar qualquer tipo de marcação de cada agulha na superfície tocada do espécime, representando, respectivamente, a presa inicial (113,5g) e final (453,5 g) de cada cimento.



Figura 6 - Estufa com temperatura e umidade controladas, $37^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ e $95\% \pm 5\%$, respectivamente



Figura 7 - Incorporação de água no cimento



Figura 8 - Cimento espatulado e vertido no anel metálico



Figura 9 - Agulhas de Gilmore de 113,5 e 453,5 gramas empregadas na determinação dos tempos de presa

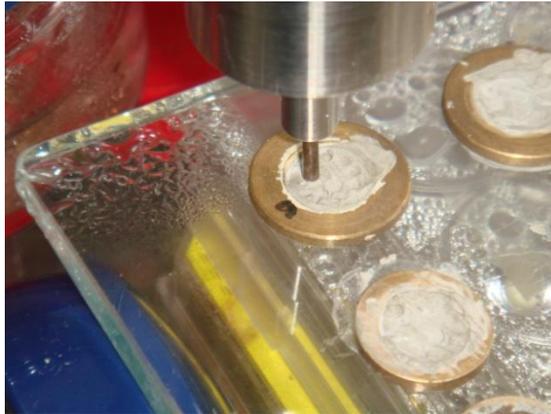


Figura 10 – Marcações com agulha de Gilmore 113,5g

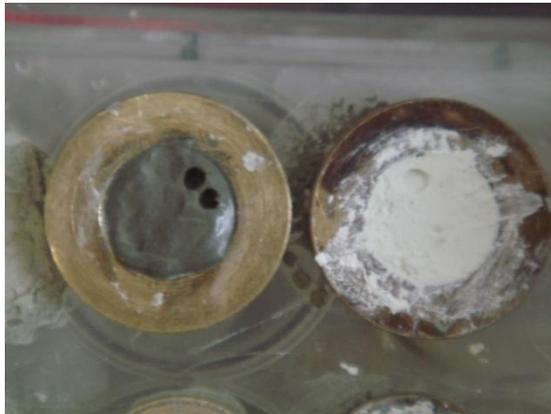


Figura 11 - Marcas iniciais nos corpos de prova durante a presa inicial (cimentos ainda fluídos)



Figura 12 – Marcas iniciais e finais no corpo de prova após a presa final (cimento com presa tomada)

4.2.5 SOLUBILIDADE

A solubilidade foi determinada seguindo-se as orientações da especificação ISO 6876/2001. Utilizando-se uma matriz de borracha com 10 orifícios de 8 mm de diâmetro por 3 de altura (Figura-13), foram confeccionados 5 corpos de prova para cada grupo. Após a espatulação dos cimentos eles foram vertidos nos orifícios da matriz de borracha. Antes da presa do cimento, inseriu-se na massa do cimento um fio de náilon (Figura-15) para que o espécime pudesse ser mantido suspenso na água MilliQ, durante todo o período do experimento sem tocar nas paredes dos frascos. Para um correto preenchimento dos orifícios, a matriz de borracha foi colocada sobre uma placa de vidro protegida com papel celofane. Na sequência, o conjunto foi levado à estufa de cultura 502 marca Orion®, São Paulo, Brasil (Figura-15), onde permaneceu a 37° C por três vezes o tempo de presa final dos materiais. Decorrido este período, os espécimes foram retirados da matriz de borracha, e, por meio de um pincel bem fino, foram removidas as partículas soltas de sua superfície. Os corpos de prova, então, foram pesados em balança analítica (Figura-16), com precisão de até milésimos de grama. Os espécimes foram mantidos em recipientes tampados (Figura-18) contendo 50 ml de água MilliQ por um período de 24 horas, cuidando-se para que os mesmos ficassem suspensos, imersos na água, não tocando as paredes do recipiente. Decorrido o período, os corpos de prova foram removidos dos recipientes, lavados com água destilada, secos em papel filtro e levados ao desumidificador por 24 horas e, então, novamente pesados. O valor da solubilidade foi determinado por meio do cálculo da quantidade de cimento, em peso, que foi perdida durante o período de imersão, isto é, pela diferença de peso do corpo de prova antes e após a imersão em água.



Figura 13 - Matriz flexível (de borracha) utilizada no experimento



Figura 14 - Desmembramento do conjunto, frasco, tampa e corpo de prova



Figura 15 - Corpos de prova antes de serem removidos da matriz



Figura 17 - Estufa de cultura 502
marca Orion®, São Paulo, Brasil

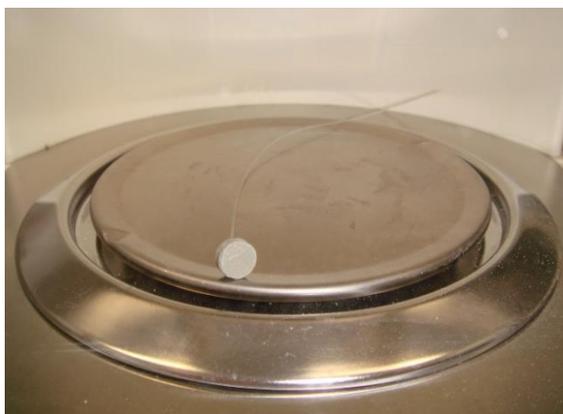


Figura 16 - Corpo de prova empregado
para o teste de solubilidade (pesagem)



Figura 18 - Corpo de prova imerso
em 50 ml de água MilliQ para o teste
de solubilidade

4.2.6 RADIOPACIDADE

Para cada material testado foram confeccionados 10 corpos de provas, de 5 mm de diâmetro e 2 mm de espessura. Para isso, utilizou-se uma matriz bipartida de acrílico (Figura-19). Após a abertura da matriz (Figura-20) e remoção dos corpos de prova, os mesmos foram submetidos a acabamento utilizando disco Sof-Lex de cor branca (3M ESPE, EUA). A espessura final de cada corpo de prova foi aferida com paquímetro digital (Mitutoyo, Japão), comprovando que todos possuíam a mesma espessura.



Figura 19 - Matriz bipartida de acrílico (fechada).



Figura 20 - Matriz bipartida de acrílico (aberta).

Com o objetivo de comparar a radiopacidade dos materiais com a das estruturas dentárias (esmalte e dentina), molares inferiores hígidos, foram cedidos pelo Banco de Dentes da Faculdade de Odontologia (UFJF), foram seccionados utilizando um cortador de tecidos duros Labcut 1010, Excet Corp. EUA (Figura-21) dotado de um disco diamantado. Foram obtidos cortes longitudinais, no sentido mésio-distal, na espessura de 1 mm, da região mais central de cada dente (Figura-22). As espessuras finais das secções também foram aferidas com auxílio do paquímetro digital (Figura-23) e todos possuíam a mesma espessura.



Figura 21 - Cortador de tecidos duros (Labcut 1010, Excet Corp. EUA).



Figura 22 - Secção longitudinal de molares inferiores



Figura 23 - Paquímetro digital (Mitutoyo, Japão).

Para realização das radiografias foi utilizado o aparelho de raios X periapical Gendex Expert DC (Gendex, EUA), operando a 7 mA, 65 kVp e tempo de exposição de 0,1 s. A distância foco-filme foi mantida constante (40 cm), utilizando um dispositivo padronizador que proporciona uma incidência perpendicular do feixe de radiação ao plano onde foi colocado o sensor e os objetos radiografados (Figura-24).



Foi utilizado o sistema de radiografia digital direta Visualix e HD (Gendex, EUA). Sobre o sensor foram colocados: um corpo de prova de cada grupo (Figura-25), o corte do dente com a espessura correspondente a 1 mm (Figura-26) e uma escala de densidade de alumínio com espessuras variando de 1 mm a 11 mm, com incrementos de 1mm (Figura-27). Os corpos de prova foram colocados sobre o sensor seguindo sempre na mesma ordem.



Figura 25 - Corpos de prova de cada grupo



Figura 26 - Corte do dente com a espessura correspondente a 1 mm, sobre o sensor



Figura 27 - escala de densidade de alumínio com espessuras variando de 1 mm a 11 mm, sobre o sensor

Foram obtidas três imagens de cada conjunto, arquivadas com resolução de 300 dpi, em formato TIFF. As densidades radiográficas das imagens digitais foram avaliadas, por um único operador, por meio da ferramenta histograma do programa Adobe Photoshop® 8.0 (EUA). Neste *software* foram obtidas as médias dos tons de cinza para todos os degraus da escala de alumínio, para os corpos de prova dos materiais estudados e para o esmalte e dentina do dente seccionado. Não foi realizada nenhuma alteração no brilho e/ou contraste das imagens.

A figura-28 ilustra o sensor do sistema radiográfico digital com os objetos radiografados. A radiografia obtida pode ser vista na Figura-29. A figura-30 ilustra a aplicação da ferramenta histograma, do *software* Adobe Photoshop® 8.0 (EUA), para a leitura das densidades.



Figura 28 - Sensor do sistema radiográfico digital e os objetos radiografados

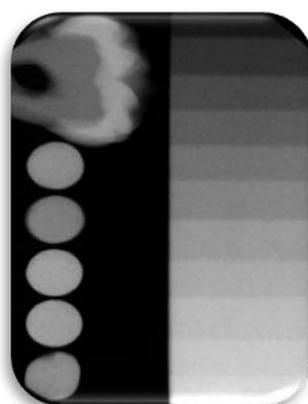


Figura 29 – Imagem radiográfica adquirida

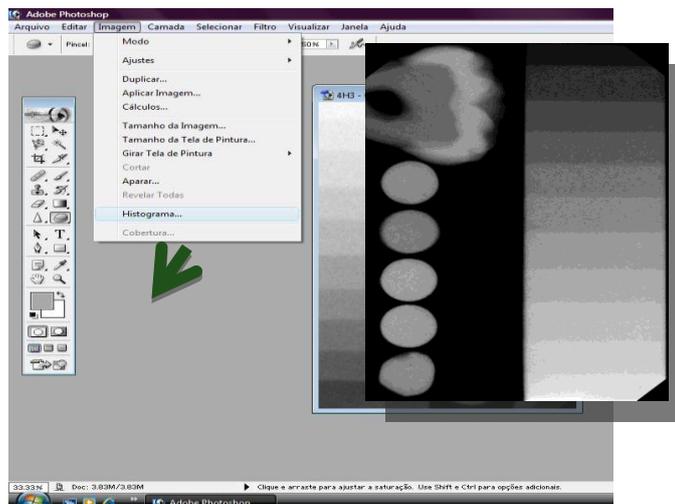


Figura 30 - Utilização ferramenta histograma do programa Adobe Photoshop® 8.0 (EUA),

4.2.7 Análise do pH

Para a análise do pH foram utilizados tubos de PVC de 8mm de comprimento por 1mm de raio (figura-31). Para tal, foram utilizados cinco tubos de PVC para os testes. Os cimentos foram inseridos no interior dos tubos com o auxílio de calcadores do tipo Paiva até o completo preenchimento. Foram preparados 5 (cinco) espécimes para cada grupo. Após o preenchimento, os espécimes foram imediatamente imersos em frascos de plástico, contendo 15 ml de água MilliQ (figura-32), que foram vedados e levados à estufa a 37°C, onde permaneceram durante cada período experimental. Para evitar qualquer tipo de interferência nos resultados, todos os frascos foram previamente tratados com ácido nítrico. As avaliações foram realizadas nos períodos de 3 horas, 24 horas, 72 horas e 168 horas (Figura-33) onde, a cada período, os espécimes foram, cuidadosamente retirados dos frascos e imersos em um novo tubo com o mesmo volume de água MilliQ. A determinação do pH foi realizada por meio de um pHmetro previamente calibrado (Figura-35). O frasco, após a remoção do espécime, foi levado a um agitador onde permanecerá por 5 segundos. Após a agitação, o líquido foi vertido em um Becker e, então, colocado em contato com o eletrodo do pHmetro. A aferição do pH foi efetuada com a sala em temperatura de 25°C. A água MilliQ foi empregada

como controle sendo medido seu pH em todos os períodos de análise, previamente a imersão dos tubos.



Figura 31 - Corpos de prova (tubos) do teste de pH



Figura 32 - Colocação do tubo nos frascos



Figura 33 - Frascos de 15ml (Labcon) de acordo com os períodos



Figura 34 - Disposição dos frascos para medição

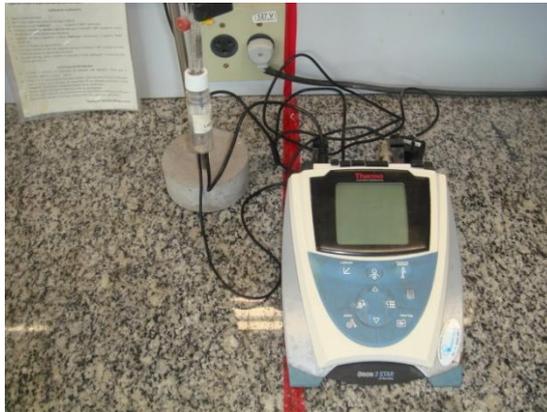


Figura 35 - peagômetro utilizado no experimento

4.2.8 LIBERAÇÃO DE ÍONS CÁLCIO

Para a análise do pH e liberação de íons cálcio foram utilizados os mesmos grupos descritos anteriormente (Figura-36). Assim, para a aferição dos íons Cálcio utilizou-s 30 tubos de PVC. Os cimentos foram inseridos no interior dos tubos com o auxílio de calcadores do tipo Paiva até o completo preenchimento. Foram preparados 5 (cinco) espécimes para cada grupo. Após o preenchimento, os espécimes foram imediatamente imersos em frascos contendo 15 ml de água MilliQ (Figura-37)., que foram vedados e levados à estufa a 37°C, onde permaneceram durante cada período experimental. Para evitar qualquer tipo de interferência nos resultados, todos os frascos foram previamente tratados com ácido nítrico. As avaliações foram realizadas nos períodos de 3 horas, 24 horas, 72 horas e 168 horas (Figura-38), onde, a cada período, os espécimes foram cuidadosamente retirados dos frascos e imersos em um novo tubo com o mesmo volume de água MilliQ.

Para a quantificação da liberação de íons Ca^{++} foi empregado um espectrofotômetro de absorção atômica equipado com uma lâmpada de cátodo oco específica para o cálcio (Figura-39). As condições de operação foram:

- Corrente da lâmpada: 3 mil amperes
- Combustível: Acetileno
- Suporte: Oxigênio
- Estequiometria: Redutor

Para prevenir possíveis interferências de metais alcalinos, foi preparada uma solução de lantânio, diluindo-se 9,8 g de cloreto de lantânio em 250 ml de solução ácida. Uma solução estoque de cálcio foi preparada, diluindo-se 2,4972 g de carbonato de cálcio em 50mL de água MilliQ. A essa solução foi adicionada, gota a gota, 10ml de ácido clorídrico concentrado. Posteriormente, foi diluído em 1000 ml de água MilliQ. Após o preparo, 1,00mL deste preparado correspondem a 1mg de cálcio. Com esta solução, preparou-se as soluções padrões de cálcio, sendo elas: 50 mg/L, 25 mg/L, 12,5mg/L, 6,25 mg/L, 3,125 mg/L. Na leitura os 8mL dos padrões ou da água das amostras foram associadas a 2mL da solução de cloreto de Lantânio. Para levar o aparelho a zero de absorbância, foi empregada a solução de ácido nítrico. Os cálculos da liberação foram efetuados por meio da equação da reta

da curva padrão. A leitura da liberação de íons Ca^{++} foi efetuada nos mesmos períodos utilizados para a leitura do pH.



Figura 36 - Corpos de prova (tubos) do teste de liberação de íons cálcio



Figura 37 – Colocação do tubo nos frascos



Figura 38 - Frascos de 15 ml (Labcon) de acordo com os períodos



Figura 39 - Disposição dos frascos para medição



Figura 40 - Espectrofotômetro de absorção atômica equipado com uma lâmpada de cátodo específico para o cálcio.

5 RESULTADOS

5.1 TEMPO DE PRESA

A tabela 1 apresenta a média e o desvio padrão dos tempos de presa inicial e final (em minutos) dos materiais avaliados neste trabalho.

Tabela 1 - Médias e desvios-padrões (DP) dos tempos de presa inicial e final, em minutos

	TEMPO DE PRESA		TEMPO DE PRESA	
	INICIAL		FINAL	
	MEDIA	DP	MÉDIA	DP
CP	43,33	5,774	143,3	15,28
CP+SB	50,00	10,00	143,3	15,28
CP+CB	36,67	5,774	180,0	10,00
CP+OB	46,67	5,774	206,7	5,774
CP+I	46,67	5,774	193,3	5,774
MTA	10,00	0,01	33,33	5,774

A análise do tempo de presa inicial dos materiais mostrou que apenas houve diferenças estatísticas significantes ($p < 0,05$) quando comparados com o MTA, que apresentou o menor valor. Nas demais comparações, não houve diferenças estatísticas significantes ($p > 0,05$). Os resultados foram avaliados utilizando a análise de variância (ANOVA) seguida pelo teste de Tukey. O nível de significância foi fixado em 5% ($p < 0,05\%$),

Na análise do tempo de presa final, não houve diferenças estatísticas significantes ($p > 0,05$) nas comparações entre o CP e CP+SB, CP+CB e CP+OB, CP+CB e CP+I, CP+OB e CP+I. Nas demais comparações, houve diferenças estatísticas significantes ($p < 0,05$) entre os demais grupos estudados.

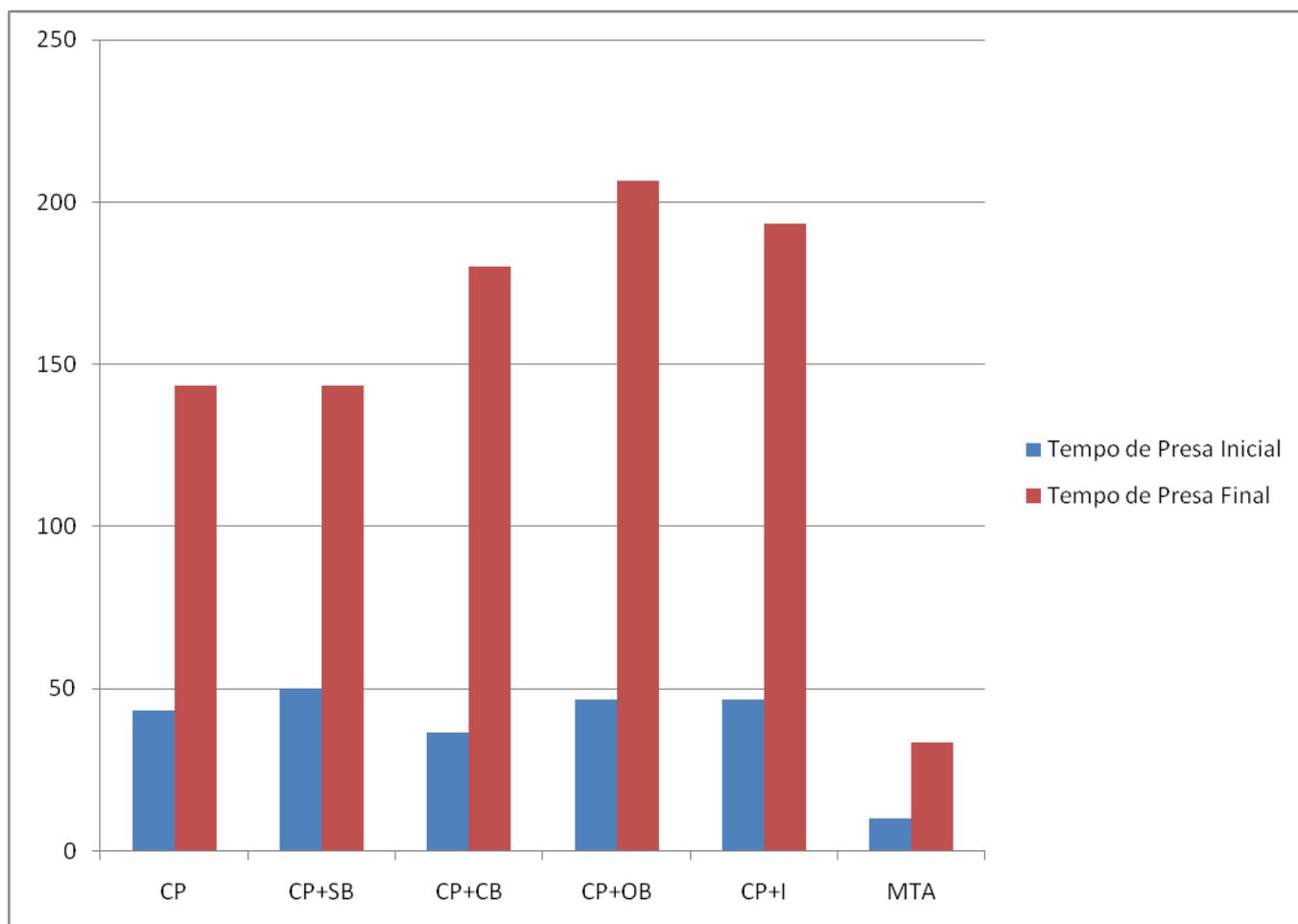


Figura 41 - Gráfico da média do tempo de presa (em minutos) dos materiais analisados.

5.2 RADIOPACIDADE

A tabela 2 apresenta as médias e desvios padrão da radiopacidade em milímetro de Alumínio (mm/Al) dos materiais estudados.

Tabela 2 - Médias e desvios padrão da radiopacidade em mm/Al dos cimentos analisados

GRUPOS	MÉDIA	DESVIO-PADRÃO
CP	1,040	0.1197
CP+SB	2,458	0.1704
CP+CB	4,111	0,2546
CP+OB	4,440	0,3226
CP+I	3,942	0.3309
MTA	4,712	0,2382

Todos os materiais testados apresentaram radiopacidade acima do mínimo recomendado pelas normas da ADA n. 57 e ISO 6876/2001, que é de 3 mm/Al, exceto o CP e o CP+SB.

Entre o CP+CB e CP+OB, CP+CB e CP+I, CP+OB e MTA não houve diferença estatística significativa ($p > 0,05$). Na comparação entre os demais grupos, houve diferença significativa ($p < 0,05$) em relação a todos os outros grupos.

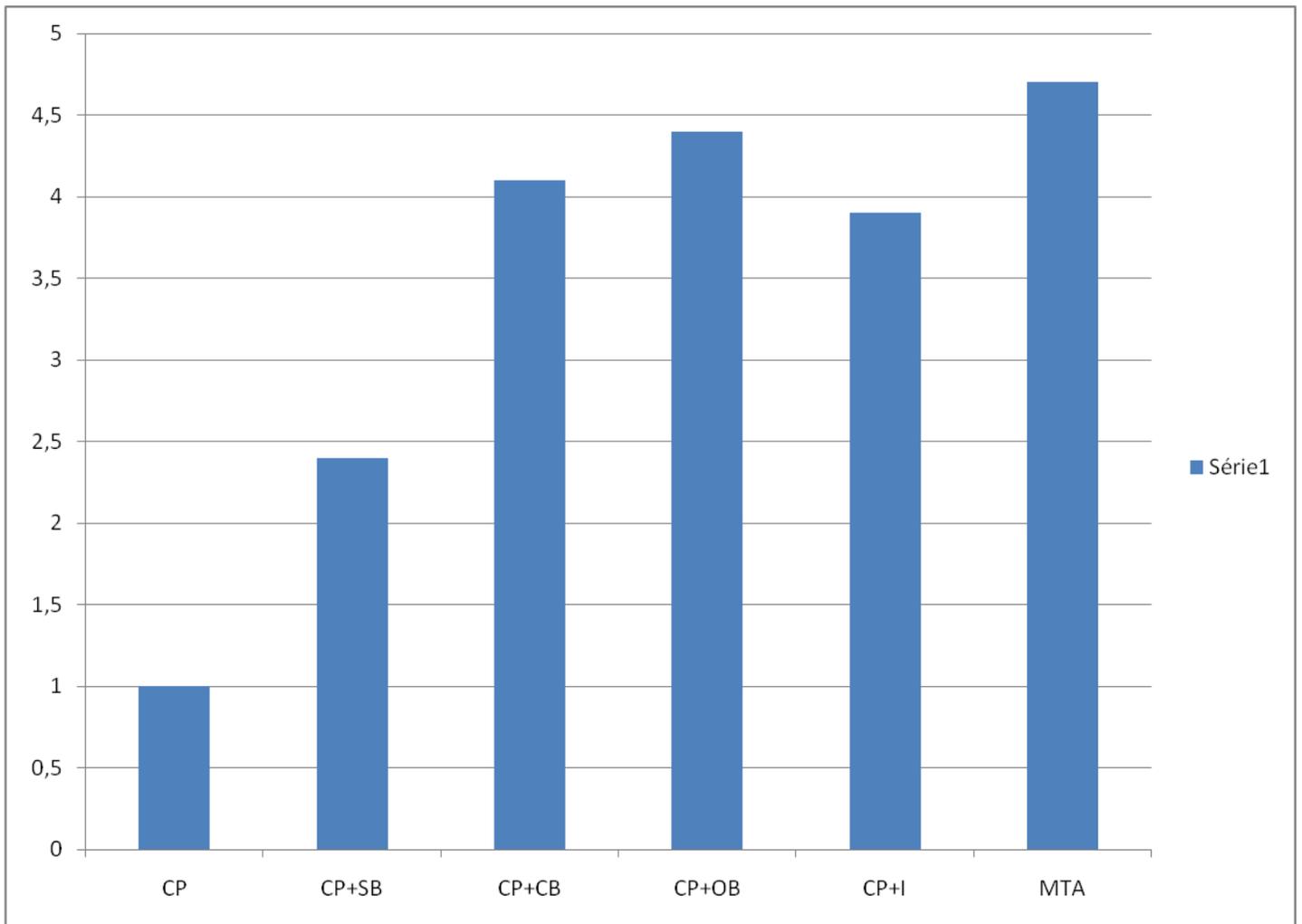


Figura 42 - Representação gráfica das médias da radiopacidade (mm/Al) dos materiais analisados.

5.3 pH

A tabela 3 apresenta as médias e desvios padrão do pH dos materiais estudados, em diferentes períodos avaliados.

Tabela 3 - Médias e desvios padrão do pH dos materiais nos diferentes períodos analisados

	3 HORAS		24 HORAS		72 HORAS		168 HORAS	
	MÉDIA	DP	MÉDIA	DP	MÉDIA	DP	MÉDIA	DP
CP	10,24	0,16	10,17	0,12	10,13	0,17	10,06	0,23
CP+SB	9,67	0,37	10,04	0,18	9,90	0,20	9,98	0,17
CP+CB	10,08	0,38	10,12	0,04	10,02	0,15	10,20	0,12
CP+OB	9,98	0,21	10,17	0,05	10,13	0,14	10,13	0,19
CP+I	10,31	0,20	10,13	0,03	9,94	0,17	10,04	0,20
WMTA	9,92	0,06	10,01	0,02	10,14	0,05	10,17	0,09

O pH da água empregada no experimento foi de 6.71, sendo que todos os materiais proporcionaram alcalinização da água na qual foram imersos. A figura 03 apresenta os valores do pH nos períodos analisados.

Na comparação estatística entre os materiais, no período de 3 horas, foram constatadas diferenças significantes ($p < 0,05$) entre CP e CP+SB, e entre CP+SB e CP+I. Não foram constatadas diferenças estatísticas significantes ($p > 0,05$) entre os demais grupos.

Nas análises de 24 e 72 horas, não houve diferenças estatísticas significantes ($p > 0,05$) entre os materiais estudados.

No período de 168 horas, a análise estatística mostrou diferenças significantes na comparação entre CP e MTA, CP+SB e MTA, CP+OB e MTA, CP+I e MTA e entre CP+CB e MTA. Não foram constatadas diferenças significantes ($p > 0,05$) entre os demais grupos.

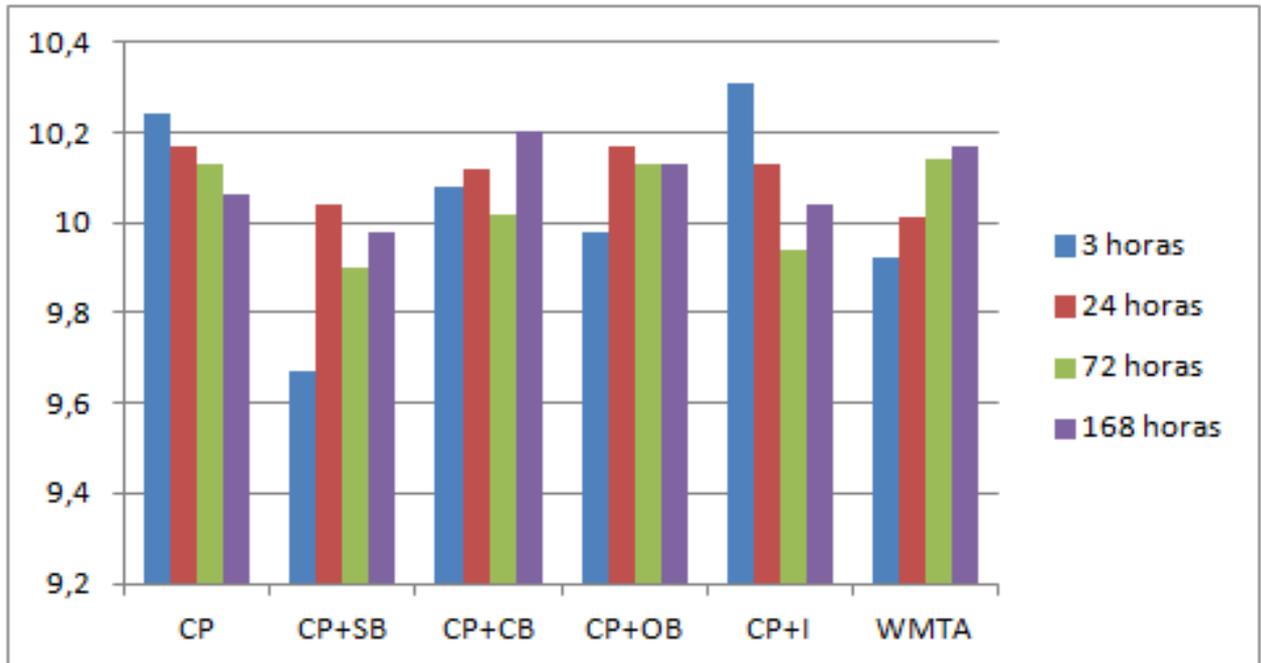


Figura 43 - Representação gráfica das médias do pH dos materiais nos diferentes períodos analisados

5.4 LIBERAÇÃO DE ÍONS CÁLCIO

Na tabela 4, pode-se observar as médias e desvios padrão sobre a liberação de íons cálcio (em mg/L) dos materiais analisados, nos diferentes períodos de tempo.

Tabela 4 - Médias e desvios padrão da liberação de íons cálcio (em mg/L) dos materiais, nos diferentes períodos analisados

	3 HORAS		24 HORAS		72 HORAS		168 HORAS	
	MÉDIA	DP	MÉDIA	DP	MÉDIA	DP	MÉDIA	DP
CP	48.12	15.39	21.61	0.64	20.94	3.70	20.72	2.42
CP+SB	23.64	13.49	21.02	3.16	17.89	1.76	21.34	2.24
CP+CB	29.09	15.27	22.23	0,84	18.10	1.65	21.87	1.29
CP+OB	22.13	4.89	23.22	2.30	20.09	1.91	21.30	1.62
CP+I	30.80	7.90	20.00	2.14	18.97	1.79	20.76	0.78
MTA	20.28	0.75	20.78	1.37	21.43	1.12	26.74	4.98

A quantidade de cálcio da água empregada para medição, antes da imersão dos corpos de prova foi de zero. Assim, pelos valores apresentados na figura 4 e representados na figura 4 podemos observar que todos os materiais proporcionaram liberação de íons cálcio.

Pela análise estatística, no período de 3 horas, verificou-se diferença significativa ($p < 0,05$) nas comparações entre CP e CP+SB, CP e CP+OB e entre CP e MTA. Nas comparações entre os demais grupos, não foram constatadas diferenças significantes ($p > 0,05$).

Nos períodos de 24 e 72 horas, não foram constatadas diferenças estatísticas significantes ($p > 0,05$) nas comparações entre os materiais estudados.

No período de 168 horas, diferenças estatísticas significantes ($p < 0,05$) foram observadas na comparação entre CP e MTA, CP+SB e MTA, CP+OB e MTA, e entre CP+I e MTA. Entre os demais grupos não foram constatadas diferenças significantes ($p > 0,05$).

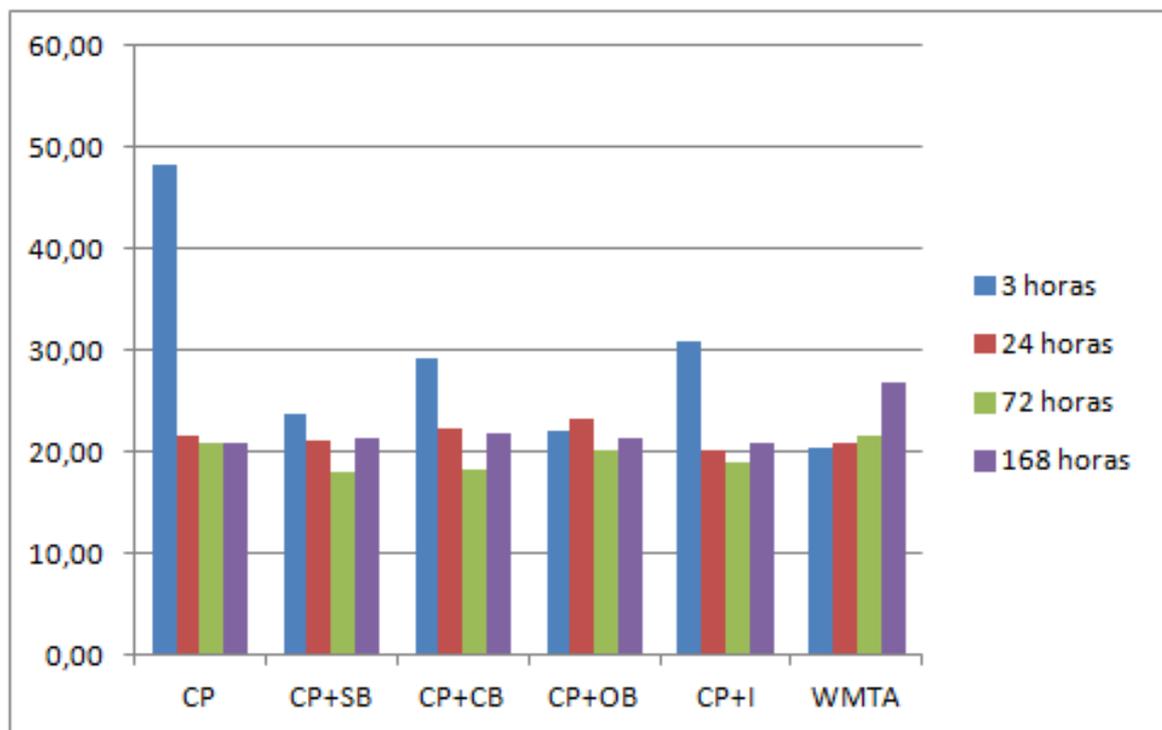


Figura 44 - Gráfico das médias de liberação de íons cálcio dos materiais, nos diferentes períodos de tempo analisados

5.5 SOLUBILIDADE

A tabela 5 apresenta as médias e desvios padrão da porcentagem de solubilidade dos cimentos estudados.

Tabela 5 - Médias e desvios padrão da porcentagem de solubilidade dos cimentos analisados

CIMENTO	MÉDIA %	DP
CP	1,23	0,96
CP+SB	1,83	1,20
CP+CB	1,91	0,88
CP+OB	1,95	2,52
CP+I	3,41	1,50
WMTA	1,22	0,23

A maioria dos cimentos apresentou solubilidade abaixo do máximo recomendado pelas normas da ADA n.57 e ISO 6876/2001, que é de 3%, exceto o CP+I.

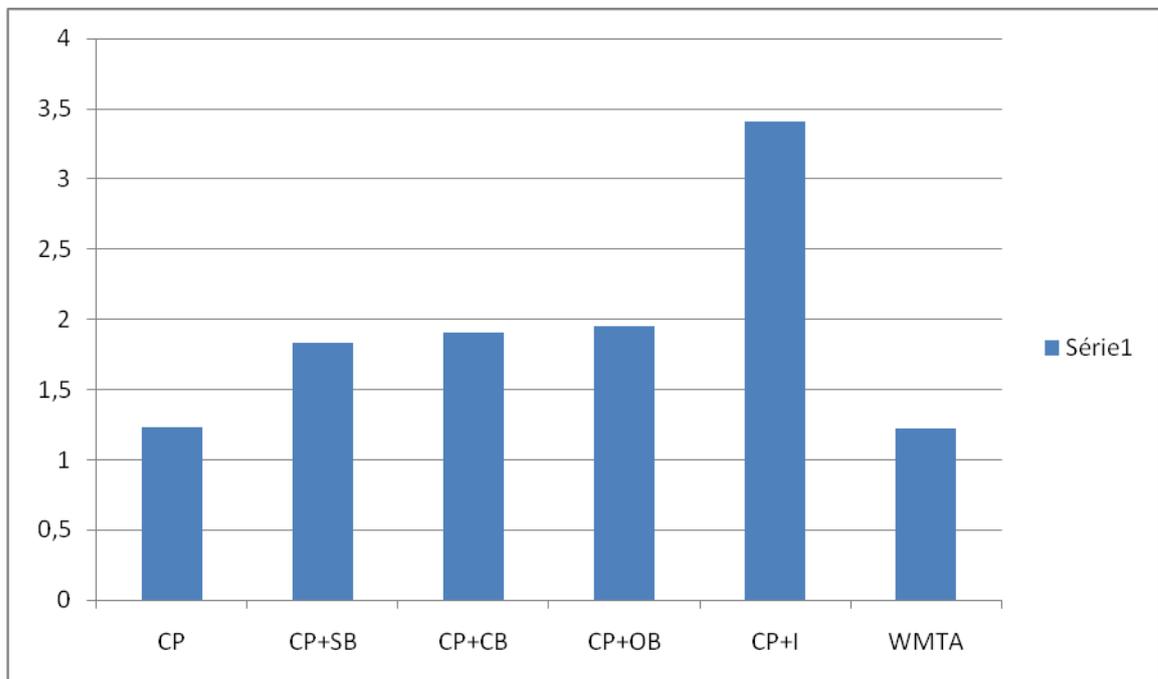


Figura 45 - Representação gráfica das médias de solubilidade dos materiais, expressas em percentagem.

6 DISCUSSÃO

O objetivo principal deste trabalho foi avaliar o comportamento do cimento Portland quando associado a quatro diferentes radiopacificadores. Para isso, algumas propriedades físico-químicas, como: pH, liberação de íons cálcio, tempo de presa, solubilidade e radiopacidade destas associações foram estudadas no sentido de detectar a existência de alterações significativas .

Considerando que vários são os métodos aplicados em estudos anteriores para análise dessas propriedades, torna-se importante incluímos nesta discussão alguns aspectos sobre os métodos utilizados neste estudo.

Embora alguns autores tenham publicado trabalhos envolvendo análise de pH *in vivo* (TRONSTAD *et al.*, 1981; PACE *et al.*, 2008), os testes realizados neste estudo, referente ao pH, foram feitos *in vitro* (TORABINEJAD *et al.*, 1995; CHNG *et al.*, 2005; SANTOS *et al.*, 2005) devido à uma melhor padronização da amostra e controle dos resultados.

Na avaliação do pH, as avaliações respeitaram os períodos de 3 horas, 24 horas, 72 horas e 168 horas onde, a cada período, os espécimes eram, cuidadosamente, retirados dos frascos e imersos em um novo tubo com o mesmo volume de água MilliQ. Esta técnica de utilizar sempre um frasco com uma água renovada permitiu que cada material tivesse seu pH aferido somente em função do período analisado, evitando, assim, um somatório de valores (DUARTE *et al.*, 2004; SANTOS *et al.*, 2005).

A utilização do peagômetro para mensuração do pH foi adotada por ser mais precisa (ANTHONY *et al.*, 1982; TORABINEJAD *et al.*, 1995; DUARTE *et al.*, 2004; CHNG *et al.*, 2005; SANTOS *et al.*, 2005) dentre outras como potenciômetro (TAMBURIC *et al.*, 1993) e o uso de corantes (STAEHLE *et al.*, 1995).

Optou-se, neste estudo, pela inserção dos cimentos em tubos de PVC enquanto outros métodos relatados aplicaram o material diretamente na solução, após a manipulação (ANTHONY *et al.*, 1982; TORABINEJAD *et al.*, 1995). Pela imersão direta no meio, promove-se uma dissolução de grande parte do material. Acreditamos com isso, que poderia haver uma superestimação de valores, e ainda, que utilizados clinicamente, a área de contato entre os fluídos tissulares e os materiais testados é bem restrita em relação ao seu volume.

Tagger (1998) propôs a confecção de corpos de prova do material em estudo e sua imersão em solução a ser analisada somente após a presa do material. Tal procedimento apresenta algumas desvantagens, como não se poder medir o pH inicial do cimento, além de grande área de contato do material com a solução. Outra forma, seria a determinação do pH diretamente na massa do cimento recém espatulado, por meio de microeletrodos inseridos no interior do material (CHNG *et al.*, 2005; ISLAM *et al.*, 2006). Acredita-se que este método, apesar de preciso, não fornece dados do potencial de alcalinização do material e nem permite avaliações a longo prazo, devido à presa do material).

Desta forma, observamos que a troca permanente da água de Milliq promove condições de se observar em qual período ocorreu maior liberação de íons. Esta é uma informação importante, pois o pH está, diretamente, relacionado a liberação de íons hidroxila.

Por outro lado, quando a renovação da água de Milliq não é realizada, observa-se uma ascendência dos valores do pH. O que pode ser interpretado como uma excelente informação para a compreensão do desempenho dos materiais ao longo do tempo. Então, ambos os métodos proporcionam resultados interessantes, logo o que irá definir, um ou outro, será o objetivo principal do trabalho.

A liberação de íons cálcio pode ser analisada, *in vivo*, por meio da condutometria por titulação de EDTA, em tecido subcutâneo de cães (ESTRELA e PESCE, 1996; PACE *et al.*, 2008). Assim, acredita-se que, mesmo apresentando-se como um método mais próximo para simulação de condições clínicas, o teste *in vivo*, caracteriza-se como um método de difícil execução, que, além dos cuidados histotécnicos, ainda necessita de criterioso estudo bioquímico para determinar qual a quantidade real de cálcio que existe nos espécimes, como um todo.

Neste estudo, a liberação de íons cálcio foi mensurada em função da concentração de cálcio presente nas soluções onde os corpos de prova permaneceram imersos por diferentes períodos de tempo (TAGGER *et al.*, 1988; TAMBURIC *et al.*, 1993; DUARTE *et al.*, 2000; DUARTE *et al.*, 2004; LOHBAUER *et al.*, 2005). Apesar de, em alguns estudos, os corpos de prova serem formados apenas pelo material em estudo (TORABINEJAD *et al.*, 1995), este método foi descartado neste trabalho, pois, além da impossibilidade de imersão do corpo de prova na solução antes destes tomarem presa, há uma grande área de contato entre

o corpo de prova e a solução, o que pode vir a induzir uma maior solubilização do cimento e, conseqüentemente, uma maior dissociação de seus componentes.

Para a leitura dos íons cálcio presentes na solução de água de Milliq, utilizou-se um espectrofotômetro de absorção atômica (SILVA *et al.*, 1997; DUARTE *et al.*, 2000; DUARTE *et al.*, 2004; SANTOS *et al.*, 2005). Entretanto, encontramos na literatura, relatos da utilização de potenciômetros munidos de eletrodo, específico para cálcio, do uso da espectroscopia foto-elétrica (BOZEMAN *et al.*, 2006) e do emprego de métodos colorimétricos, baseados na alteração da intensidade de cor de uma reação entre o íon cálcio e um reagente específico (LOHBAUER *et al.*, 2005). Atualmente, devido à grande parte dos trabalhos encontrados na literatura serem realizados com o espectrofotômetro de absorção atômica (VIVAN *et al.*, 2009; DUARTE *et al.*, 2004), acredita-se que as metodologias citadas acima, apresentem menor fidelidade de resultados ou maior complexidade de execução quando comparada com o uso do espectrofotômetro de absorção atômica, associada à troca constante da água de Milliq.

Para a determinação do tempo de presa optamos pela utilização de duas agulhas de Gilmore de diferentes pesos. Uma mais leve (113,5 g) para determinação do tempo de presa inicial e uma mais pesada (453,5 g) para o tempo de presa final (BORTOLUZZI *et al.*, 2006; ISLAM *et al.*, 2006).

A utilização da agulha mais pesada permite a determinação do tempo de presa final de maneira mais precisa (DUARTE *et al.*, 1999). Assim, é interessante que se use uma agulha mais leve (113,5 g) para que um controle inicial possa ser feito, e, a agulha mais pesada, para determinar a presa final de forma mais fidedigna.

Outra propriedade físico-química avaliada foi a solubilidade, que, assim como o tempo de presa, são regidas por normatizações que procuram padronizar os estudos laboratoriais. As normas #30 e #57 da ADA e 6876 da ISO versam sobre essa característica, sem nenhuma diferença que possa vir a alterar, significativamente, os resultados. Embora McMichen *et al.* (2003) tenham realizado estudos utilizando corpos de prova de 5 mm e 3 mm de diâmetro, no presente estudo, os corpos de prova foram confeccionados com 8 mm de diâmetro por 3 mm de altura, visando, com isso, proporcionar maior resistência aos corpos de prova.

Ainda em relação ao tamanho e forma do corpo de prova, é importante ressaltar, que a solubilidade é uma propriedade diretamente relacionada à

dissociação dos constituintes do material pela ação de contato com o líquido circundante, com conseqüente dissolução do mesmo. Deste modo, quanto maior a área de contato, maior será a possibilidade de dissolução, acarretando em uma maior solubilidade. Contrapondo-se a este raciocínio, a quantificação desta solubilidade será realizada em função da diferença da massa do corpo de prova antes e após o período de imersão, independente do tamanho do espécime. Portanto, é importante ressaltar o cuidado quando da comparação de resultados de estudos que utilizaram corpos de prova de dimensões diferentes (VIVAN *et al.*, 2009).

Outra variação diz respeito ao período de imersão. Embora, na pesquisa de Bortoluzzi *et al.*(2009^a), tenha sido usado, períodos de 24 e 72 horas e 7, 14 e 28 dias), sabe-se que um maior tempo de imersão, pode não favorecer um aumento significativo na solubilidade, conforme observado em outros estudos (POGGIO *et al.*, 2007). No entanto, com a finalidade de obter um parâmetro de comparação com as normas da ISO e ADA, neste estudo optou-se por manter os materiais submersos durante 24 horas.

Mas, independente do método utilizado e de possíveis alterações introduzidas quanto às dimensões dos corpos de prova ou ao período de imersão, todos os métodos descritos anteriormente, apresentam uma deficiência ainda não contornada, que se trata do fato de iniciar o teste de solubilidade apenas após a presa final dos materiais. Sabe-se que, principalmente materiais hidrofílicos podem ter algumas de suas características alteradas em função da umidade. Imaginando-se que, por exemplo, durante um procedimento cirúrgico, após a aplicação do material haveria invasão pelos fluidos teciduais antes da presa do material, acredita-se que os índices de solubilização que ocorrem clinicamente, diferem dos obtidos nas condições laboratoriais.

Portanto, padronizar os períodos, bem como os corpos de prova, representa fator relevante na pesquisa. Mas, precisamos nos conscientizar sobre a necessidade de uma metodologia alternativa para análise da solubilidade dos materiais, principalmente dos cimentos hidrófilos.

Para a avaliação da radiopacidade, a ISO preconiza a utilização de anéis com 10 mm de diâmetro e 1 mm de altura. Contudo, no presente trabalho, foram utilizados corpos de provas, de 5 mm de diâmetro e 2 mm de espessura. A diminuição no diâmetro dos corpos de prova se deu para permitir que os mesmos

pudessem ser dispostos sobre o sensor na aquisição da imagem. Como os corpos de prova não possuíam anel algum em seu entorno, a espessura foi aumentada para dar mais resistência aos mesmos, de acordo com a norma número 57 da ADA, que se propõe a avaliar materiais obturadores de canais radiculares.

O aparelho de raios-X empregado para a realização do teste de radiopacidade é outra variável a ser discutida. De acordo com a norma da ISO e da ADA, o aparelho de raios-X utilizado deve possuir 60 kV ou 70 kV, com 10 miliamperes e uma distância foco-filme de 40 cm. Entretanto, Moraes (1984) testou a radiopacidade de cimentos epóxicos com diferentes quilovoltagens (50, 60 e 90 kV) e verificou que os valores de radiopacidade dos materiais não foram estatisticamente diferentes, considerando-se cada quilovoltagem. Por isto, no presente trabalho, foi utilizado o aparelho de raios X periapical Gendex Expert DC(Gendex, EUA), operando a 7 mA, 65 kVp. A distância foco-filme foi mantida constante (40 cm), utilizando um dispositivo padronizador que proporciona uma incidência perpendicular do feixe de radiação ao plano onde será colocado o sensor e os objetos radiografados.

Alguns trabalhos foram realizados com metodologia semelhante à apresentada neste estudo, porém utilizando-se de filmes radiográficos para a aquisição de imagem (VIVAN *et al.*, 2009; DUARTE *et al.*, 2009). Na tentativa de tornar o processo mais ágil e minimizar erros, durante a fase de revelação dos filmes, foi utilizado, nesta pesquisa, o sistema de radiografia digital direta Visualix e HD (Gendex, EUA).

A ideia de analisar algumas propriedades físico-químicas do cimento Portland, quando associado a diferentes agentes radiopacificantes, originou-se de estudos prévios (FARACO e HOLLAND, 2001; HOLLAND *et al.*, 2001; SAIDON *et al.*, 2003) que mostraram semelhança na composição entre o cimento Portland e o Agregado de Trióxido Mineral (MTA). Assim, acredita-se que a diferença principal entre os dois reside na presença do bismuto no MTA, que é um radiopacificador. A própria bula do ProRoot MTA (Dentsply®) explica que o cimento Portland constitui 75% da composição do material. Então, buscou-se um radiopacificador que promovesse menor interferência em algumas propriedades físicas e químicas do cimento Portland. Embora alguns trabalhos indiquem uma similaridade entre o cimento Portland e MTA, este apresenta em sua composição o óxido de bismuto,

que é um radiopacificador, para compensar sua baixa radiopacidade do cimento Portland.

No entanto, diversas alternativas têm sido propostas, com o intuito de acrescentar outros radiopacificadores ao cimento Portland, como; iodofórmio (MORAIS *et al.*, 2006; BORTOLUZZI *et al.*, 2009c), sulfato de bário (CAMILLERI, 2010), carbonato de bismuto e, também, o próprio óxido de bismuto em diferentes proporções (COUTINHO-FILHO *et al.*, 2008; BUENO *et al.*, 2009). A rigor, o proporcionamento, 4:1, em peso, foi adotado pela facilidade de reprodução em laboratório, e também devido ao fato da patência do ProRoot MTA relatar o mesmo método.

Inúmeras substâncias podem ser agregadas ao cimento Portland para inculir-lhe radiopacidade. Todavia, a adição dessas substâncias pode causar alguma alteração em suas propriedades físico-químicas. Assim, no presente trabalho, além do óxido de bismuto, foi averiguada a influência de outros radiopacificadores, como o iodofórmio, o sulfato de bário, e o carbonato de bismuto, no comportamento do material.

Apesar de os fabricantes, normalmente, não disponibilizarem a quantidade de cada agente radiopacificador, nos materiais odontológicos, pode-se inferir que a diferença significativa observada nos valores de radiopacidade entre os materiais, está relacionada ao número atômico de seus componentes. Quanto mais alto o número atômico do elemento presente na composição do material, mais radiopaco ele se apresentará (TANOMARU-FILHO *et al.*, 2008b; TSUGE, 2009).

Assim, a opção pelo óxido de bismuto foi devido ao seu alto peso molecular, e, também ao fato dos MTAs o possuí-lo em sua composição (BORTOLUZZI *et al.*, 2009c). O iodofórmio foi eleito por ser um material bastante difundido na endodontia, principalmente, como radiopacificador em pastas para medicação intracanal (BORTOLUZZI *et al.*, 2009c). O sulfato de bário é outro material que merece ser mais investigado, uma vez que, pode ser encontrado como elemento bário no cimento resinoso Enforce® (TSUGE, 2009) (cimento resinoso extremamente utilizado na odontologia). Já o carbonato de bismuto foi eleito como uma forma variante do óxido de bismuto, conservando-se o bismuto, elemento bastante citado na literatura (DUARTE *et al.*, 2009; VIVAN *et al.*, 2009; CAMILLERI, 2010) e, alterando, apenas, sua estrutura química.

O acréscimo de alguns radiopacificadores levou a um retardamento do tempo de presa do Cimento Portland, fato também observado por outros autores (CAMILLERI e GANDOLFI, 2010), sendo que, para o sulfato de bário e o óxido de bismuto, o retardamento foi, ainda, maior, provavelmente devido à menor quantidade de Portland nestas duas associações interferir na hidratação do material (CAMILLERI, 2007), retardando a presa. Para contornar este problema, talvez a proporção pó/água, deva ser alterada, colocando-se uma maior quantidade de pó. Quanto aos resultados do cimento Portland puro, os valores obtidos (43,33 minutos de presa inicial e 143,33 minutos de presa final) no presente trabalho foram menores que os valores (299 minutos para a presa final) encontrados por Duarte (DUARTE *et al.*, 2009). Essa discordância, talvez possa ser justificada pela diferença na proporção pó/líquido, pois, enquanto no presente trabalho empregou-se 1g/0,3mL, Duarte *et al.* (2009) utilizaram 1g/0,40 mL. Isto pode ter acarretado um tempo de presa mais longo, devido ao maior volume de líquido.

Embora os testes estatísticos tenham revelado diferenças significantes entre alguns grupos, a grande diferença do tempo de presa final do MTA (33,33 minutos) chamou a atenção. Isso nos leva a inferir que os radiopacificadores, talvez, não alterem de forma efetiva o tempo de presa do cimento Portland, mas, sim, a ausência do sulfato de cálcio no MTA. Como pudemos observar no MTA da Angelus® (BORTOLUZZI *et al.*, 2006), acreditamos que isso possa ser o principal responsável pela redução do tempo de presa final.

Na análise da radiopacidade, observou-se que embora todos os materiais tenham apresentado radiopacidade superior à da dentina, o cimento Portland puro e o mesmo associado ao sulfato de bário, não satisfizeram as exigências estabelecidas pela norma número 57 da ADA. Esta determina que, os materiais obturadores, apresentem uma radiopacidade mínima de 3 mm de alumínio (ELIASSON e HAASKEN, 1979). Assim, mesmo em concordância com resultados apresentados em outros trabalhos, que encontraram valores em torno de 1mmAl para o cimento Portland puro (BORTOLUZZI *et al.*, 2009b; Duarte *et al.*, 2009), o cimento Portland puro e o cimento Portland associado ao sulfato de bário apresentaram valores de 1,04 e 2,45 mm de alumínio respectivamente, sendo, portanto, considerados inadequados para uso odontológico, de acordo com as normas 57 da ADA.

O MTA Angelus® branco, por sua vez, foi o cimento que apresentou maior radiopacidade, com o valor de 4,71 mm de alumínio, em acordo com estudos de Torabinejad *et al.*(1995), Islam *et al.* (2006) e Tanomaru-Filho *et al.* (2008a).

Sabendo que a radiopacidade favorece a visualização do material na radiografia, e que o emprego de substâncias radiopacificadoras é necessário em materiais endodônticos para se analisar a qualidade das obturações, limite de obturação, bem como o preenchimento de cavidades retrógradas e o tamponamento de perfurações,, podemos dizer que a associação do cimento Portland ao óxido de bismuto, iodofórmio e ao carbonato de bismuto, proporcionou bons resultados.

No entanto, a radiopacidade é, apenas, uma das propriedades, dentre várias que o material ideal deve apresentar. É questionável, então, se o material empregado com um propósito, ou seja, conferir radiopacidade ao material poderia interferir em outras propriedades.

Portanto, o material precisa conservar características como a liberação de íons cálcio e pH alcalino, por exemplo, que são propriedades químicas de extrema importância, pois estão, diretamente relacionadas ao processo de mineralização (MIZUNO e BANZAI, 2008; NARITA *et al.*, 2010) e ação antimicrobiana (KONTAKIOTIS *et al.*, 1997). O pH alcalino inibe o sistema enzimático do microrganismo (CALDWELL, 1996), enquanto, simultaneamente, ativa a fosfatase alcalina, uma enzima presente no tecido e que está diretamente envolvida no processo de mineralização (ESTRELA *et al.*, 1995). Os íons cálcio limitam a quantidade de dióxido de carbono para respiração de bactérias anaeróbias (KONTAKIOTIS *et al.*, 1997), e ainda, possui um importante papel no processo de remineralização, por estimular a fibronectina (MIZUNO e BANZAI, 2008) e por ativar osteoblastos (NARITA *et al.*, 2010).

Neste estudo, quando analisada a liberação de íons cálcio durante o período de 3 horas, os resultados mostraram que o cimento Portland puro atingiu os maiores valores. Contudo, a associação que sofreu menor interferência dos radiopacificadores foi o grupo com iodofórmio. Assim, sabendo da importância da liberação de cálcio para o processo de formação da barreira mineralizada, conforme já descrito, este resultado pode ser considerado como positivo, uma vez que, o iodofórmio é uma substância de fácil disponibilidade para o clínico, inofensivo à polpa dental e bastante estável quando em cavidades (BORTOLUZZI *et al.*, 2009c).

É comum alguns materiais promoverem uma maior liberação de íons cálcio no período inicial (TAGGER *et al.*, 1988). Tal condição pôde ser observada no presente estudo, visto que, com exceção do MTA e do grupo com óxido de bismuto, houve um pico de liberação de íons cálcio no período inicial e um decréscimo desse valor no intervalo de 24 e 72 horas.

Com exceção do Portland puro, que se manteve praticamente estável na transição de 72 para 168 horas, houve um aumento gradual da liberação de íons cálcio no período de 168 horas em relação ao período anterior, provavelmente, devido à permanência mais longa do material na água de Milliq.

Este aumento gradual foi bastante evidente para o MTA branco da Angelus®, que apresentou discreta liberação de íons cálcio no primeiro período, mas evoluiu gradualmente, na sequência. A rigor, este grupo foi, ora, escolhido para representar os MTAs brancos, uma vez que os demais cimentos eram de cor cinza e, de acordo com a literatura, quando se comparam os cimentos à base de agregado trióxido mineral, nota-se uma liberação de íons cálcio, com maior intensidade, para os cimentos de coloração cinza, fato que vem corroborar com os resultados apontados por Bozeman *et al.* (2006) e também observado no presente trabalho no período de 3 horas.

Embora todos os materiais tenham liberado cálcio, ficou claro que o acréscimo de radiopacificadores interferiu nesta propriedade de forma incisiva após três horas seguidas à espatulação, pois todos os materiais que continham radiopacificador em sua composição, inclusive o MTA branco da Angelus®, apresentaram uma capacidade inicial de liberar cálcio, menor que quando comparada ao Portland cinza CP II Votoran®.

Na análise do pH, assim como na liberação de íons cálcio, houve uma similaridade de comportamento entre o cimento Portland puro e este associado ao iodofórmio. Esses dois materiais apresentaram um pico de liberação de íons hidroxila, elevando o pH nos períodos iniciais, especialmente no período de 3 horas. Posteriormente a isso, houve uma queda gradual de seu pH. Este comportamento também foi observado no teste que avaliou a liberação de íons cálcio.

De acordo com PETRUCCI (1998), o que influenciou no maior pH para o Portland sem radiopacificador foi a maior produção de íons hidroxila.

Esta correlação, entre a liberação dos íons hidroxila e a liberação dos íons cálcio, pode proporcionar ótimos resultados clínicos, O pH alcalino inibe o sistema

enzimático do microrganismo, enquanto simultaneamente, os íons cálcio ativam a fibronectina que, por sua vez, ativa a fosfatase alcalina, favorecendo, posteriormente, a ação dos íons cálcio no processo de mineralização. (MIZUNO e BANZAI, 2008)

Na análise dos outros períodos, observou-se um aumento gradual do pH entre 24, 72 e 168 horas. Este comportamento, embora diferente dos dois outros grupos citados no período de 3 horas, também poderia ser capaz de promover a alcalinização do meio de forma favorável.

Quanto à solubilidade, esta se faz importante se o material possui em sua composição substâncias que podem auxiliar no processo de reparo, como o hidróxido de cálcio, por meio da alcalinização e da liberação de íons cálcio, que indubitavelmente corroboram com o processo de mineralização (ESTRELA *et al.*, 1995; MIZUNO e BANZAI, 2008)

Porém, a solubilidade de um material deve estar dentro das recomendações das normas, pois, caso o material apresente alta solubilização, espaços vazios podem se formar, comprometendo o resultado clínico ou laboratorial (VIVAN *et al.*, 2009).

Na presente pesquisa, a associação do cimento Portland com o iodofórmio apresentou o maior índice de solubilidade, com valor médio de 3,41%. Embora fora das normas #30 e #57 da ADA e 6876 da ISO isto, talvez explique a grande liberação de íons cálcio e o elevado pH, observados neste grupo, nos testes correlatos discutidos anteriormente. Fica, contudo, a dúvida sobre a eficácia desta associação em relação à infiltração marginal em obturações retrógradas, considerando que um material com baixa solubilidade, produz ótimos resultados em relação à infiltração marginal em obturações retrógradas. (MEDEIROS, 2009).

Os demais cimentos apresentaram valores de solubilidade, entre 1,22% (para MTA branco da Angelus®) e 1,95% (para o Portland associado ao óxido de bismuto). É importante ressaltar que as normas que estandardizam os testes de solubilidade indicam a imersão dos materiais só após a presa final dos mesmos, fato que não ocorre nas condições clínicas. Logo, é de se imaginar que, clinicamente, esses valores possam ser mais elevados. Fridland e Rosado (2003) apontaram, ainda, o risco de falsos resultados quando da avaliação de cimentos à base de agregado trióxido mineral, por conta da dificuldade de remoção da umidade do material. Por se tratar de materiais que tomam presa em contato com a umidade, a

remoção da mesma, durante os ensaios laboratoriais, se torna extremamente dificultada, o que poderia vir a mascarar possíveis índices de solubilidade relativamente maiores (Fridland e Rosado, 2003)

As normas recomendam a mensuração da solubilização após a presa do material. Porém, uma maior solubilidade ocorre durante a presa do material. Ademais, o período estipulado é de 24 horas apenas, devendo ser analisado em períodos mais tardios, uma vez que, caso o material apresente maior porosidade, sua degradação pode ir aumentando, à medida em que se aumenta o tempo presa (VIVAN *et al.*, 2009).

Assim, pelos resultados apresentados no presente estudo, podemos observar, entre outros, que as substâncias acrescentadas ao cimento Portland para melhorar a sua radiopacidade, pode interferir em algumas propriedades físico/químicas do material.

7 CONCLUSÃO

Com base na metodologia e nos resultados obtidos, pode-se concluir que os diversos radiopacificadores adicionados ao cimento Portland causaram alterações maiores ou menores em todas as propriedades físico-químicas avaliadas, ou seja: tempos de presa, radiopacidade, pH, liberação de íons cálcio e solubilidade.

REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA

ABARAJITHAN, M. et al. Management of recently traumatized maxillary central incisors by partial pulpotomy using MTA: Case reports with two-year follow-up. **J Conserv Dent**, Tamilnadu, v. 13, n. 2, p. 110-3, 2010.

AEINEHCHI, M. et al. Mineral trioxide aggregate (MTA) and calcium hydroxide as pulp-capping agents in human teeth: a preliminary report. **Int Endod J**, Oxford, v. 36, n. 3, p. 225-31, 2003.

AMERICAN NATIONAL STANDARDS INSTITUTE/ AMERICAN DENTAL ASSOCIATION. Specification n° 57 for endodontic filling materials. Chicago: ANSI/ADA; 2000.

ANDRADE FERREIRA, F. B. et al. Evaluation of pH levels and calcium ion release in various calcium hydroxide endodontic dressings. **Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod**, St. Louis , v. 97, n. 3, p. 388-92, 2004.

ANTHONY, D. R. et al. The effect of three vehicles on the pH of calcium hydroxide. **Oral Surg Oral Med Oral Pathol**, St. Louis, v. 54, n. 5, p. 560-5, 1982.

ASGARY, S. et al. A qualitative X-ray analysis of white and grey mineral trioxide aggregate using compositional imaging. **J Mater Sci Mater Med**, London, v. 17, n. 2, p. 187-91, 2006.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE CIMENTO PORTLAND. Guia Básico de utilização de CP. 7.ed. São Paulo, 28 p., 2002 (BT-106). Disponível em www.abcp.org.br. Acessado em outubro de 2011.

BELOBROV, I.; PARASHOS, P. Treatment of tooth discoloration after the use of white mineral trioxide aggregate. **J Endod**, Baltimore, v. 37, n. 7, p. 1017-20, 2011.

BORTOLUZZI, E. A. et al. The use of a setting accelerator and its effect on pH and calcium ion release of mineral trioxide aggregate and white Portland cement. **J Endod**, Baltimore, v. 32, n. 12, p. 1194-7, 2006.

BORTOLUZZI, E. A. et al. The influence of calcium chloride on the setting time, solubility, disintegration, and pH of mineral trioxide aggregate and white Portland cement with a radiopacifier. **J Endod**, Baltimore, v. 35, n. 4, p. 550-4, Apr. 2009a.

BORTOLUZZI, E. A. et al. Radiographic effect of different radiopacifiers on a potential retrograde filling material. **Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod**, St. Louis, v. 108, n. 4, p. 628-32, 2009b.

BOZEMAN, T. B. et al. Elemental analysis of crystal precipitate from gray and white MTA. **J Endod**, Baltimore, v. 32, n. 5, p. 425-8, 2006.

BUENO, C. E. et al. Study of the bismuth oxide concentration required to provide Portland cement with adequate radiopacity for endodontic use. **Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod**, St. Louis, v. 107, n. 1, p. e65-9, 2009.

CAMILLERI, J. Evaluation of the physical properties of an endodontic Portland cement incorporating alternative radiopacifiers used as root-end filling material. **Int Endod J**, Oxford, v. 43, n. 3, p. 231-40, 2010.

CAMILLERI, J.; GANDOLFI, M. G. Evaluation of the radiopacity of calcium silicate cements containing different radiopacifiers. **Int Endod J**, Oxford, v. 43, n. 1, p. 21-30, 2010.

CAMILLERI, J. Hydration mechanisms of mineral trioxide aggregate. **Int Endod J**, Oxford, v. 40, n. 6, p. 462-70, 2007.

CEHRELI, Z. C. et al. MTA apical plugs in the treatment of traumatized immature teeth with large periapical lesions. **Dent Traumatol**, Copenhagen, v. 27, n. 1, p. 59-62, 2011.

CHNG, H. K. et al. Properties of a new root-end filling material. **J Endod**, Baltimore, v. 31, n. 9, p. 665-8, 2005.

COUTINHO-FILHO, T. et al. Radiopacity and histological assessment of Portland cement plus bismuth oxide. **Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod**, St. Louis, v. 106, n. 6, p. e69-77, 2008.

DE-DEUS, G. et al. Negligible expression of arsenic in some commercially available brands of Portland cement and mineral trioxide aggregate. **J Endod**, Baltimore, v. 35, n. 6, p. 887-90, 2009.

DUARTE, M. A. H. et al. Arsenic release provided by MTA and Portland cement. **Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod**, St. Louis, v. 99, n. 5, p. 648-50, 2005.

DUARTE, M. A. H. et al. Determination of pH and calcium ion release provided by pure and calcium hydroxide-containing AHPlus. **Int Endod J**, Oxford, v. 37, n. 1, p. 42-5, 2004.

DUARTE, M. A. H. et al. Evaluation of pH and calcium ion release of three root canal sealers. **J Endod**, Baltimore, v. 26, n. 7, p. 389-90, 2000.

DUARTE, M. A. H. et al. Evaluation of pH and calcium ion release of calcium hydroxide pastes containing different substances. **J Endod**, Baltimore, v. 35, n. 9, p. 1274-7, 2009.

DUARTE, M. A. H. et al. pH and calcium ion release of 2 root-end filling materials. **Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod**, St. Louis, v. 95, n. 3, p. 345-7, 2003.

DUARTE, M. A. H. et al. Radiopacity of portland cement associated with different radiopacifying agents. **J Endod**, Baltimore, v. 35, n. 5, p. 737-40, 2009.

ELIASSON, S. T.; HAASKEN, B. Radiopacity of impression materials. **Oral Surg Oral Med Oral Pathol**, St. Louis, v. 47, n. 5, p. 485-91, 1979.

ESTRELA, C.; PESCE, H. F. Chemical analysis of the liberation of calcium and hydroxyl ions from calcium hydroxide pastes in connective tissue in the dog--Part I. **Braz Dent J**, Ribeirao Preto, v. 7, n. 1, p. 41-6, 1996.

ESTRELA, C. et al. Mechanism of action of calcium and hydroxyl ions of calcium hydroxide on tissue and bacteria. **Braz Dent J**, Ribeirao Preto, v. 6, n. 2, p. 85-90, 1995.

ESTRELA, C. et al. Antimicrobial and chemical study of MTA, Portland cement, calcium hydroxide paste, Sealapex and Dycal. **Braz Dent J**, Ribeirao Preto, v. 11, n. 1, p. 3-9, 2000.

FARACO, I. M., JR.; HOLLAND, R. Response of the pulp of dogs to capping with mineral trioxide aggregate or a calcium hydroxide cement. **Dent Traumatol**, Copenhagen, v. 17, n. 4, p. 163-6, 2001.

FERRIS, D. M.; BAUMGARTNER, J. C. Perforation repair comparing two types of mineral trioxide aggregate. **J Endod**, Baltimore, v. 30, n. 6, p. 422-4, 2004.

FORD, T. R. et al. Use of mineral trioxide aggregate for repair of furcal perforations. **Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod**, St. Louis, v. 79, n. 6, p. 756-63, 1995.

FRIDLAND, M.; ROSADO, R. Mineral trioxide aggregate (MTA) solubility and porosity with different water-to-powder ratios. **J Endod**, Baltimore, v. 29, n. 12, p. 814-7, 2003.

GOMES CORNELIO, A. L. et al. Cytotoxicity of Portland cement with different radiopacifying agents: a cell death study. **J Endod**, Baltimore, v. 37, n. 2, p. 203-10, 2011.

GONCALVES, S. B. et al. [Comparative analysis of rotatory (GT) and manual root canal preparation and association of both techniques in instrumentation of flattened root canals.]. **J Appl Oral Sci**, v. 11, n. 1, p. 35-39, 2003.

GUIGAND, M. et al. In vitro study of intradentinal calcium diffusion induced by two endodontic biomaterials. **J Endod**, Baltimore, v. 23, n. 6, p. 387-90, 1997.

HOLLAND, R. et al. Healing process of dog dental pulp after pulpotomy and pulp covering with mineral trioxide aggregate or Portland cement. **Braz Dent J**, Ribeirao Preto, v. 12, n. 2, p. 109-13, 2001.

HOLLAND, R. et al. Mineral trioxide aggregate repair of lateral root perforations. **J Endod**, Baltimore, v. 27, n. 4, p. 281-4, 2001.

HOLLAND, R. et al. Reaction of rat connective tissue to implanted dentin tubes filled with a white mineral trioxide aggregate. **Braz Dent J**, Ribeirao Preto, v. 13, n. 1, p. 23-6, 2002.

HOLLAND, R. et al. Reaction of rat connective tissue to implanted dentin tube filled with mineral trioxide aggregate, Portland cement or calcium hydroxide. **Braz Dent J**, Ribeirao Preto, v. 12, n. 1, p. 3-8, 2001.

HUANG, T. H.; KAO, C. T. pH measurement of root canal sealers. **J Endod**, Baltimore, v. 24, n. 4, p. 236-8, 1998.

ISLAM, I. et al. Comparison of the physical and mechanical properties of MTA and portland cement. **J Endod**, Baltimore, v. 32, n. 3, p. 193-7, 2006.

ISLAM, I. et al. X-ray diffraction analysis of mineral trioxide aggregate and Portland cement. **Int Endod J**, Oxford v. 39, n. 3, p. 220-5, 2006.

KETTERING, J. D.; TORABINEJAD, M. Investigation of mutagenicity of mineral trioxide aggregate and other commonly used root-end filling materials. **J Endod**, Baltimore, v. 21, n. 11, p. 537-42, 1995.

KONTAKIOTIS, E. G. et al. Effect of calcium hydroxide dressing on seal of permanent root filling. **Endod Dent Traumatol**, Copenhagen, v. 13, n. 6, p. 281-4, 1997.

LEE, S. J. et al. Sealing ability of a mineral trioxide aggregate for repair of lateral root perforations. **J Endod**, Baltimore, v. 19, n. 11, p. 541-4, 1993.

LOHBAUER, U. et al. Calcium release and pH-characteristics of calcium hydroxide plus points. **Int Endod J**, Oxford, v. 38, n. 10, p. 683-9, 2005.

MANCINI, M. et al. Accuracy of three electronic apex locators in anterior and posterior teeth: an ex vivo study. **J Endod**, Baltimore, v. 37, n. 5, p. 684-7, 2011.

MENEZES, R. et al. MTA repair of a supracrestal perforation: a case report. **J Endod**, Baltimore, v. 31, n. 3, p. 212-4, 2005.

MCMICHEN, F. R. et al. A comparative study of selected physical properties of five root-canal sealers. **Int Endod J**, Oxford, v. 36, n. 9, p. 629-35, 2003.

MIZUNO, M.; BANZAI, Y. Calcium ion release from calcium hydroxide stimulated fibronectin gene expression in dental pulp cells and the differentiation of dental pulp cells to mineralized tissue forming cells by fibronectin. **Int Endod J**, Oxford, v. 41, n. 11, p. 933-8, 2008.

MORAES, I. G. de. **Propriedades físicas de cimentos epóxicos experimentais para obturações de canais radiculares, baseados no AH26**. Bauru, 1984. 149p. Tese (Doutorado em Odontologia) - Faculdade de Odontologia de Bauru, Universidade de São Paulo, Bauru, 1984.

MORAIS, C. A. et al. Evaluation of tissue response to MTA and Portland cement with iodoform. **Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod**, St. Louis, v. 102, n. 3, p. 417-21, 2006.

MORETTON, T. R. et al. Tissue reactions after subcutaneous and intraosseous implantation of mineral trioxide aggregate and ethoxybenzoic acid cement. **J Biomed Mater Res**, Hoboken, v. 52, n. 3, p. 528-33, 2000.

NAIR, P. N. et al. Histological, ultrastructural and quantitative investigations on the response of healthy human pulps to experimental capping with mineral trioxide aggregate: a randomized controlled trial. **Int Endod J**, Oxford, v. 41, n. 2, p. 128-50, 2008.

NARITA, H. et al. An explanation of the mineralization mechanism in osteoblasts induced by calcium hydroxide. **Acta Biomater**, Osaka, v. 6, n. 2, p. 586-90, 2010.

NERWICH, A. et al. pH changes in root dentin over a 4-week period following root canal dressing with calcium hydroxide. **J Endod**, Baltimore, v. 19, n. 6, p. 302-6, 1993.

OLIVEIRA, M. G. et al. Comparative chemical study of MTA and Portland cements. **Braz Dent J**, Ribeirao Preto, v. 18, n. 1, p. 3-7, 2007.

PACE, R. et al. Mineral trioxide aggregate as repair material for furcal perforation: case series. **J Endod**, Baltimore, v. 34, n. 9, p. 1130-3, 2008.

PARANJPE, A. et al. Effects of mineral trioxide aggregate on human dental pulp cells after pulp-capping procedures. **J Endod**, Baltimore, v. 36, n. 6, p. 1042-7, 2010.

PATEL, S. et al. Detection of periapical bone defects in human jaws using cone beam computed tomography and intraoral radiography. **Int Endod J**, Oxford, v. 42, n. 6, p. 507-15, 2009.

PETRUCCI, E. G. R. **Concreto de cimento Portland**. 13. ed. São Paulo: Globo, São Paulo, 1998.

POGGIO, C. et al. Solubility of root-end-filling materials: a comparative study. **J Endod**, Baltimore, v. 33, n. 9, p. 1094-7, 2007.

REHMAN, K. et al. Calcium ion diffusion from calcium hydroxide-containing materials in endodontically-treated teeth: an in vitro study. **Int Endod J**, Oxford, v. 29, n. 4, p. 271-9, 1996.

RIBEIRO, C. S. et al. Comparative evaluation of antimicrobial action of MTA, calcium hydroxide and Portland cement. **J Appl Oral Sci**, Bauru, v. 14, n. 5, p. 330-3, 2006.

SAIDON, J. et al. Cell and tissue reactions to mineral trioxide aggregate and Portland cement. **Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod**, St. Louis, v. 95, n. 4, p. 483-9, 2003.

SANTOS, A. D. et al. Physico-chemical properties of MTA and a novel experimental cement. **Int Endod J**, Oxford, v. 38, n. 7, p. 443-7, 2005.

SHABAHANG, S. et al. A comparative study of root-end induction using osteogenic protein-1, calcium hydroxide, and mineral trioxide aggregate in dogs. **J Endod**, Baltimore, v. 25, n. 1, p. 1-5, 1999.

SIQUEIRA, F. J., JR. et al. Evaluation of sealing ability, pH and flow rate of three calcium hydroxide-based sealers. **Endod Dent Traumatol**, Copenhagen, v. 11, n. 5, p. 225-8, 1995.

SONG, J. S. et al. Chemical analysis of powder and set forms of Portland cement, gray ProRoot MTA, white ProRoot MTA, and gray MTA-Angelus. **Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod**, St. Louis, v. 102, n. 6, p. 809-15, 2006.

STAEHLE, H. J. et al. Effect of root canal filling materials containing calcium hydroxide on the alkalinity of root dentin. **Endod Dent Traumatol**, Copenhagen, v. 11, n. 4, p. 163-8, 1995.

SILVA, L. A. et al. Calcium hydroxide root canal sealers: evaluation of pH, calcium ion concentration and conductivity. **Int Endod J**, Oxford, v. 30, n. 3, p. 205-9, 1997.

TAGGER, M. et al. Release of calcium and hydroxyl ions from set endodontic sealers containing calcium hydroxide. **J Endod**, Baltimore, v. 14, n. 12, p. 588-91, 1988.

TAMBURIC, S. D. et al. In vitro release of calcium and hydroxyl ions from two types of calcium hydroxide preparation. **Int Endod J**, Oxford, v. 26, n. 2, p. 125-30, 1993.

TANG, Y. et al. Outcomes of MTA as root-end filling in endodontic surgery: a systematic review. **Quintessence Int**, Berlin, v. 41, n. 7, p. 557-66, 2010.

TANOMARU-FILHO, M. et al. Radiopacity evaluation of root-end filling materials by digitization of images. **J Appl Oral Sci**, Ribeirão Preto, v. 16, n. 6, p. 376-9, 2008a.

TANOMARU-FILHO, M. et al. Evaluation of the radiopacity of calcium hydroxide- and glass-ionomer-based root canal sealers. **Int Endod J**, Oxford, v. 41, n. 1, p. 50-3, 2008b.

TANOMARU-FILHO, M. et al. Evaluation of pH and calcium ion release of root-end filling materials containing calcium hydroxide or mineral trioxide aggregate. **J Endod**, Baltimore, v. 35, n. 10, p. 1418-21, 2009c.

THOMSON, T. S. et al. Cementoblasts maintain expression of osteocalcin in the presence of mineral trioxide aggregate. **J Endod**, Baltimore, v. 29, n. 6, p. 407-12, 2003.

TORABINEJAD, M.; CHIVIAN, N. Clinical applications of mineral trioxide aggregate. **J Endod**, Baltimore, v. 25, n. 3, p. 197-205, 1999.

TORABINEJAD, M. et al. Dye leakage of four root end filling materials: effects of blood contamination. **J Endod**, Baltimore, v. 20, n. 4, p. 159-63, 1994.

TORABINEJAD, M. et al. Investigation of mineral trioxide aggregate for root-end filling in dogs. **J Endod**, Baltimore, v. 21, n. 12, p. 603-8, 1995.

TORABINEJAD, M. et al. Physical and chemical properties of a new root-end filling material. **J Endod**, Baltimore, v. 21, n. 7, p. 349-53, 1995.

TRONSTAD, L. et al. pH changes in dental tissues after root canal filling with calcium hydroxide. **J Endod**, Baltimore, v. 7, n. 1, p. 17-21, 1981.

TSUGE, T. Radiopacity of conventional, resin-modified glass ionomer, and resin-based luting materials. **J Oral Sci**, Japan, v. 51, n. 2, p. 223-30, 2009.

TZIAFAS, D. et al. The dentinogenic effect of mineral trioxide aggregate (MTA) in short-term capping experiments. **Int Endod J**, Oxford, v. 35, n. 3, p. 245-54, 2002.

VANKA, A. et al. Apexification with MTA using internal matrix: report of 2 cases. **J Clin Pediatr Dent**, Birmingham, v. 34, n. 3, p. 197-200, 2010.

VASCONCELOS, B. C. et al. Evaluation of pH and calcium ion release of new root-end filling materials. **Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod**, St. Louis, v. 108, n. 1, p. 135-9, 2009.

VIVAN, R. R. et al. Evaluation of the radiopacity of some commercial and experimental root-end filling materials. **Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod**, St. Louis, v. 108, n. 6, p. e35-8, 2009.