

FELIPE HENRIQUE FASSINA DOMINGUES

**AVALIAÇÃO DE PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS DO SILICATO  
TRICÁLCICO COM ADIÇÃO DE DIFERENTES  
RADIOPACIFICADORES**

CAMPO GRANDE  
2015

FELIPE HENRIQUE FASSINA DOMINGUES

**AVALIAÇÃO DE PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS DO SILICATO  
TRICÁLCICO COM ADIÇÃO DE DIFERENTES  
RADIOPACIFICADORES**

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

Área de concentração: Tecnologia e Saúde

Orientador: Prof. Dr. Danilo M. Zanillo Guerisoli

CAMPO GRANDE  
2015

FOLHA DE APROVAÇÃO

FELIPE HENRIQUE FASSINA DOMINGUES

**AVALIAÇÃO DE PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS DO SILICATO  
TRICÁLCICO COM ADIÇÃO DE DIFERENTES  
RADIOPACIFICADORES**

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

Resultado\_\_\_\_\_

Campo Grande (MS), \_\_\_\_\_ de \_\_\_\_\_ de \_\_\_\_\_.

BANCA EXAMINADORA

\_\_\_\_\_  
Prof. Dr. \_Danilo Mathias Zanello Guerisoli\_\_\_\_\_

Instituição\_\_ FAODO/UFMS\_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_  
Prof. Dr. \_Bruno Cavalini Cavenago\_\_\_\_\_

Instituição\_\_ FMEC\_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_  
Prof. Dr. \_Marco Antônio Hungaro Duarte\_\_\_\_\_

Instituição\_\_ FOB-USP\_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_  
Prof. Dr. \_Paulo Zarate Pereira\_\_\_\_\_

Instituição\_\_ FAODO/UFMS\_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_  
Prof. Dr. \_Valter Aragão do Nascimento\_\_\_\_\_

Instituição\_\_ FAMED/UFMS\_\_\_\_\_

## DEDICATÓRIA

Aos meus pais José Roberto Domingues e Solange Fátima Fassina Domingues que sempre fizeram o possível para me proporcionar as melhores oportunidades e me ensinaram através de exemplo que o trabalho, a dedicação e o amor ao que faz são o segredo do sucesso.

À minha esposa, Maeve Bülow Domingues, que sempre me incentivou incondicionalmente, em todos os meus projetos, e no doutorado especificamente, me apoiou e superou a minha ausência recorrente. Te amo e não me imagino vivendo sem você!

Ao meu grande mestre e amigo Danilo Mathias Zanella Guerisoli, a quem tento me espelhar, nos meus projetos profissionais e pessoais. Trabalhar e estudar contigo é motivo de muito orgulho para mim. Quero que saiba que se alcancei alguns objetivos é porque acreditou em mim e jamais esquecerei que foi quem me ajudou em um momento delicado da minha vida e além de me acolher como aluno e discípulo, me ensinou a lidar com a situação da melhor maneira.

Ao meu grande mestre e amigo Gerson Hiroshi Ioshinari. Sinto tanta falta das nossas conversas que instintivamente, me forço a esquece-las, mesmo sentindo que ainda escuto seus conselhos. Se a Endodontia é o que eu faço com amor, você é o maior culpado.



## AGRADECIMENTOS

À Universidade Federal de Mato Grosso do Sul e a Faculdade de Odontologia Prof. Albino Coimbra Filho, por me proporcionar as condições de um ensino superior e de pós-graduação de qualidade.

Ao Programa de Pós-Graduação em Saúde e Desenvolvimento na Região Centro-Oeste, da Universidade Federal de Mato Grosso do Sul, professores e funcionários, especialmente a Prof<sup>a</sup> Dr<sup>a</sup> Iandara Schettert, Aurea e Vera.

Ao amigo e professor Dr. Marco Antônio Hungaro Duarte por me dar a oportunidade de tê-lo em minhas bancas, tanto no mestrado quanto agora no doutorado. Obrigado por fazer parte dessas fases tão importantes da minha vida.

Ao amigo e professor Dr. Bruno Cavalini Cavenago, que sem titubear me auxiliou no teste de solubilidade e nos pilotos com canais simulados em micro-CT de outro estudo. Pouquíssimas pessoas fizeram por mim o que fizeste, sempre serei muito grato caro amigo.

Ao Professor Dr. Valter Aragão por sempre estar disposto a me ajudar neste e nos demais estudos que estamos desenvolvendo.

Ao Professor Dr. Wander Fernando de Oliveira Filiú, por conta a imensa e pronta ajuda com a manipulação do SBF.

Ao meu amigo e operador do microscópio eletrônico de varredura Luiz Felipe Praça, pela imensa ajuda com a tentativa em sintetizar o silicato tricálcico e nas análises em MEV e EDX.

Ao meu amigo e irmão Hélio Katsuya Onoda, pela parceria principalmente nesses últimos 4 anos onde juntos estamos realizando, um sonho em comum, ministrando cursos de especialização em endodontia. Poucas pessoas tem a desenvoltura e o foco que você tem, e você merece tudo de melhor na vida.

Aos amigos Paula e Gabriel Galvão, por sempre me apoiarem e prestigiarem em nossas parcerias nos cursos e pesquisas. Sempre é muito bom estar com vocês.

Aos meus amigos de Jardim a quem não pude dar a atenção que gostaria nesses últimos anos. Carlos Douglas Vilalba, Sandra Berbert e Rita de Cássia Rodrigues da Rocha Reis Aranha. Vocês me devolveram a esperança na amizade. Ter convivido e disfrutado da amizade de vocês, que me devolveu a esperança na amizade verdadeira que eu havia perdido.

À todos que diretamente e indiretamente participaram desse projeto tão grandioso para mim. Jamais pensei em chegar perto de onde estou e espero continuar e encarar novos desafios.

"NINGUÉM BATERÁ TÃO FORTE QUANTO A VIDA. PORÉM, NÃO SE TRATA DE QUÃO FORTE PODE BATER, SE TRATA DE QUÃO FORTE PODE SER ATINGIDO E CONTINUAR SEGUINDO EM FRENTE. É ASSIM QUE A VITÓRIA É CONQUISTADA."

SYLVESTER STALLONE

## RESUMO

Domingues FHF. **Avaliação de propriedades físico-químicas do silicato tricálcico com adição de diferentes radiopacificadores.** Campo Grande; 2015.

[Tese – Universidade Federal de Mato Grosso do Sul].

O silicato tricálcico é o principal componente dos cimentos hidráulicos à base de silicato utilizados na odontologia. O objetivo do presente estudo foi avaliar as propriedades físico-químicas do silicato tricálcico acrescido de agentes radiopacificadores. Para tanto foram utilizados o cimento de silicato tricálcico acrescidos de 20% de óxido de bismuto, óxido de zircônio, subcarbonato de bismuto e sulfato de bário, além do cimento Portland acrescido de 20% de óxido de bismuto e Biodentine™. Foram realizados testes de caracterização dos pós e de superfície dos cimentos hidratados, bioatividade *in vitro*, microdureza superficial, radiopacidade, resistência à compressão, solubilidade e tempo de presa inicial. Os resultados obtidos mostraram que todos os cimentos testados apresentam bioatividade após 7 dias. O óxido de zircônio aumentou significativamente a microdureza superficial do silicato tricálcico. Dentre os radiopacificadores utilizados, os que contêm bismuto em sua composição foram mais eficientes na elevação dos valores de radiopacidade dos cimentos testados, enquanto o Biodentine™ apresentaram radiopacidade inferior à 3 mmAl. O cimento de silicato tricálcico acrescido de sulfato de bário apresentou valores de resistência à compressão superiores aos cimentos contendo óxido de bismuto como agente radiopacificador. O Biodentine™ apresentou a maior solubilidade dentre os cimentos testados, porém inferior ao valor máximo de 3%, preconizado pela especificação nº 57 da ANSI/ADA. O Biodentine™ foi o cimento com o menor tempo de presa. Dos aditivos testados, o óxido de zircônio proporcionou ao silicato tricálcico propriedades físico-químicas mais adequadas ao uso clínico, aumentando a microdureza, radiopacidade, resistência à compressão e diminuindo a solubilidade.

Palavras-chave: endodontia, materiais biocompatíveis, teste de materiais.

## ABSTRACT

Domingues FHF. **Physico-chemical properties of tricalcium silicate evaluation with different addition of radiopacifiers.** Campo Grande; 2015. [Thesis - Federal University of Mato Grosso do Sul].

The tricalcium silicate is the main component of hydraulic cements used in dental therapy. The aim of this study was to evaluate the physicochemical properties of tricalcium silicate with radiopacifiers agents. Therefore, was used the tricalcium silicate cement with 20% bismuth oxide, zirconium oxide, bismuth subcarbonate and barium sulfate, besides of Portland cement with 20% bismuth oxide and Biodentine™. Characterization tests were performed for powders and the surface of the hydrated cements bioactivity in vitro, microhardness, radiopacity, compressive strength, solubility and initial set time. The results showed that all tested cements exhibit bioactivity after 7 days. The zirconium oxide significantly increased microhardness of the tricalcium silicate. Among the used radiopacifiers, those containing bismuth in composition were more efficient in increase in radiopacity values of the tested cements, while the Biodentine™ showed lower radiopacity to 3 mmAl. Tricalcium silicate cement with barium sulphate showed compressive strength values greater than cements containing bismuth oxide as radiopacifier. The Biodentine™ had the highest solubility among the tested cements, but below the maximum of 3%, as recommended by the specification N° 57 ANSI/ADA. The Biodentine™ was the cement with the shortest setting time. All radiopacifiers agents tested, the zirconium oxide provided the physicochemical properties more desirable for clinical use, increasing the microhardness, radiopacity, compressive strength and reducing solubility.

Keywords: endodontics, biocompatible materials, materials testing.

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Média e desvio padrão de microdureza superficial dos grupos testados, expressos em VHN .....	102
Tabela 2 – Média e desvio padrão de radiopacidade dos grupos testados, expressos em mm/Al .....	103
Tabela 3 – Média e desvio padrão de resistência à compressão dos grupos testados, expressos em Mpa.....	105
Tabela 4 – Média e desvio padrão de solubilidade dos grupos testados, expressos em porcentagem da perda de volume.....	106
Tabela 5 – Média e desvio padrão do tempo de presa inicial dos grupos testados, expressos em minutos .....	107

## LISTA DE QUADROS

Quadro 1 – Grupos experimentais e agentes radiopacificadores adicionados aos materiais.....	71
---	----

## LISTA DE GRÁFICOS

Gráfico 1 - Média e desvio padrão de microdureza superficial dos grupos testados, expressos em VHN. ....	102
Gráfico 2 - Regressão linear dos valores de radiopacidade dos grupos testados e do penetrômetro, expressos em mmAl. ....	104
Gráfico 3 - Média e desvio padrão de radiopacidade dos grupos testados, expressos em mm/Al. ....	104
Gráfico 4 - Média e desvio padrão de resistência à compressão dos grupos testados, expressos em MPa. ....	105
Gráfico 5 - Média e desvio padrão de solubilidade dos grupos testados, expressos em porcentagem da perda de volume. ....	106
Gráfico 6 - Média e desvio padrão do tempo de presa inicial dos grupos testados, expressos em minutos. ....	107



## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Microscópio eletrônico de varredura modelo JSM 5410.....	73
Figura 2 – Imagem da indentação na superfície do material.....	75
Figura 3 – Imagem radiográfica com os corpos-de-prova e o penetrômetro.....	76
Figura 4 – Microtomógrafo computadorizado de bancada, SkyScan 1174v2. ....	78
Figura 5 – Corpos-de-prova posicionados para digitalização no micro-CT.....	78
Figura 6 – Fotomicrografias eletrônicas de varredura do pó do silicato tricálcico puro (grupo 1). A e B) imagens produzidas com 1.000x de magnificação, a partir de elétrons secundários e de elétrons retroespalhados, respectivamente; C e D) imagens produzidas com 10.000x de magnificação, a partir de elétrons secundários e de elétrons retroespalhados, respectivamente.....	80
Figura 7 – Fotomicrografias eletrônicas de varredura do pó do silicato tricálcico acrescido de óxido de bismuto (grupo 2). A e B) imagens produzidas com 1.000x de magnificação, a partir de elétrons secundários e de elétrons retroespalhados, respectivamente; C e D) imagens produzidas com 10.000x de magnificação, a partir de elétrons secundários e de elétrons retroespalhados, respectivamente.....	81
Figura 8 – Fotomicrografias eletrônicas de varredura do pó do silicato tricálcico acrescido de dióxido de zircônio (grupo 3). A e B) imagens produzidas com 1.000x de magnificação, a partir de elétrons secundários e de elétrons retroespalhados, respectivamente; C e D) imagens produzidas com 10.000x de magnificação, a partir de elétrons secundários e de elétrons retroespalhados, respectivamente.....	81
Figura 9 – Fotomicrografias eletrônicas de varredura do pó do silicato tricálcico acrescido de subcarbonato de bismuto (grupo 4). A e B) imagens produzidas com 1.000x de magnificação, a partir de elétrons secundários e de elétrons retroespalhados, respectivamente; C e D) imagens produzidas com 10.000x de magnificação, a partir de elétrons secundários e de elétrons retroespalhados, respectivamente.....	82

Figura 10 – Fotomicrografias eletrônicas de varredura do pó do silicato tricálcico acrescido de sulfato de bário (grupo 5). A e B) imagens produzidas com 1.000x de magnificação, a partir de elétrons secundários e de elétrons retroespalhados, respectivamente; C e D) imagens produzidas com 10.000x de magnificação, a partir de elétrons secundários e de elétrons retroespalhados, respectivamente.....	82
Figura 11 – Fotomicrografias eletrônicas de varredura do pó do cimento Portland acrescido de óxido de bismuto (grupo 6). A e B) imagens produzidas com 1.000x de magnificação, a partir de elétrons secundários e de elétrons retroespalhados, respectivamente; C e D) imagens produzidas com 10.000x de magnificação, a partir de elétrons secundários e de elétrons retroespalhados, respectivamente.....	83
Figura 12 – Fotomicrografias eletrônicas de varredura do pó do Biodentine™ (grupo 7). A e B) imagens produzidas com 1.000x de magnificação, a partir de elétrons secundários e de elétrons retroespalhados, respectivamente; C e D) imagens produzidas com 10.000x de magnificação, a partir de elétrons secundários e de elétrons retroespalhados, respectivamente. ....	83
Figura 13 – Fotomicrografias eletrônicas de varredura do silicato tricálcico puro (grupo 1). A) imagem produzida com 1.000x de magnificação; B) imagem produzida com 10.000x de magnificação. As setas mostram microcanais. ....	84
Figura 14 – Fotomicrografias eletrônicas de varredura do silicato tricálcico acrescido de óxido de bismuto (grupo 2). A) imagem produzida com 1.000x de magnificação; B) imagem produzida com 10.000x de magnificação. ....	85
Figura 15 – Fotomicrografias eletrônicas de varredura do silicato tricálcico acrescido de dióxido de zircônio (grupo 3). A) imagem produzida com 1.000x de magnificação; B) imagem produzida com 10.000x de magnificação. ....	85
Figura 16 – Fotomicrografias eletrônicas de varredura do silicato tricálcico acrescido de subcarbonato de bismuto (grupo 4). A) imagem produzida com 1.000x de magnificação; B) imagem produzida com 10.000x de magnificação. ....	85

Figura 17 – Fotomicrografias eletrônicas de varredura do Silicato tricálcico acrescido de sulfato de bário (grupo 5). A) imagem produzida com 1.000x de magnificação; B) imagem produzida com 10.000x de magnificação. ....	86
Figura 18 – Fotomicrografias eletrônicas de varredura do cimento Portland acrescido de óxido de Bismuto (grupo 6). A) imagem produzida com 1.000x de magnificação; B) imagem produzida com 10.000x de magnificação. As setas mostram microcanais.....	86
Figura 19 – Fotomicrografias eletrônicas de varredura do Biodentine™ (grupo 7). A) imagem produzida com 1.000x de magnificação; B) imagem produzida com 10.000x de magnificação. ....	86
Figura 20 – Fotomicrografias eletrônicas de varredura do pó do silicato tricálcico puro (grupo 1), após 7 dias em SBF. A) imagem produzida com 2.000x de magnificação; B) imagem produzida com 10.000x de magnificação. ....	88
Figura 21 – Gráfico do espectro e tabela de elementos de EDX do silicato tricálcico puro (grupo 1) com 7 dias em SBF.....	88
Figura 22 – Fotomicrografias eletrônicas de varredura do silicato tricálcico acrescido de óxido de bismuto (grupo 2), após 7 dias em SBF. A) imagem produzida com 2.000x de magnificação; B) imagem produzida com 10.000x de magnificação. ....	89
Figura 23 – Gráfico do espectro e tabela de elementos de EDX do silicato tricálcico acrescido de óxido de bismuto (grupo 2) com 7 dias em SBF. ....	89
Figura 24 – Fotomicrografias eletrônicas de varredura do silicato tricálcico acrescido de dióxido de zircônio (grupo 3), após 7 dias em SBF. A) imagem produzida com 2.000x de magnificação; B) imagem produzida com 10.000x de magnificação. ....	90
Figura 25 – Gráfico do espectro e tabela de elementos de EDX do silicato tricálcico acrescido de dióxido de zircônio (grupo 3) com 7 dias em SBF. ....	90

Figura 26 – Fotomicrografias eletrônicas de varredura do silicato tricálcico acrescido de subcarbonato de bismuto (grupo 4), após 7 dias em SBF. A) imagem produzida com 2.000x de magnificação; B) imagem produzida com 10.000x de magnificação.....	91
Figura 27 – Gráfico do espectro e tabela de elementos de EDX do silicato tricálcico acrescido de subcarbonato de bismuto (grupo 4) com 7 dias em SBF.....	91
Figura 28 – Fotomicrografias eletrônicas de varredura do silicato tricálcico acrescido de sulfato de bário (grupo 5), após 7 dias em SBF. A) imagem produzida com 2.000x de magnificação; B) imagem produzida com 10.000x de magnificação.....	92
Figura 29 – Gráfico do espectro e tabela de elementos de EDX do silicato tricálcico acrescido de sulfato de bário (grupo 5) com 7 dias em SBF.....	92
Figura 30 – Fotomicrografias eletrônicas de varredura do cimento Portland acrescido de óxido de bismuto (grupo 6), após 7 dias em SBF. A) imagem produzida com 2.000x de magnificação; B) imagem produzida com 10.000x de magnificação.....	93
Figura 31 – Gráfico do espectro e tabela de elementos de EDX do cimento Portland acrescido de óxido de bismuto (grupo 6) com 7 dias em SBF.....	93
Figura 32 – Fotomicrografias eletrônicas de varredura do Biodentine™ (grupo 7), após 7 dias em SBF. A) imagem produzida com 2.000x de magnificação; B) imagem produzida com 10.000x de magnificação.....	94
Figura 33 – Gráfico do espectro e tabela de elementos de EDX do Biodentine™ (grupo 7) com 7 dias em SBF.....	94
Figura 34 – Fotomicrografias eletrônicas de varredura do pó do silicato tricálcico puro (grupo 1) com 28 dias em SBF. A) imagem produzida com 2.000x de magnificação; B) imagem produzida com 10.000x de magnificação.....	95
Figura 35 – Gráfico do espectro e tabela de elementos de EDX do silicato tricálcico puro (grupo 1) com 28 dias em SBF.....	95

Figura 36 – Fotomicrografias eletrônicas de varredura do silicato tricálcico acrescido de óxido de bismuto (grupo 2) com 28 dias em SBF. A) imagem produzida com 2.000x de magnificação; B) imagem produzida com 10.000x de magnificação.....	96
Figura 37 – Gráfico do espectro e tabela de elementos de EDX do silicato tricálcico acrescido de óxido de bismuto (grupo 2) com 28 dias em SBF. ....	96
Figura 38 – Fotomicrografias eletrônicas de varredura do silicato tricálcico acrescido de dióxido de zircônio (grupo 3) com 28 dias em SBF. A) imagem produzida com 2.000x de magnificação; B) imagem produzida com 10.000x de magnificação.....	97
Figura 39 – Gráfico do espectro e tabela de elementos de EDX do silicato tricálcico acrescido de dióxido de zircônio (grupo 3) com 28 dias em SBF. ....	97
Figura 40 – Fotomicrografias eletrônicas de varredura do silicato tricálcico acrescido de subcarbonato de bismuto (grupo 4) com 28 dias em SBF. A) imagem produzida com 2.000x de magnificação; B) imagem produzida com 10.000x de magnificação.....	98
Figura 41 – Gráfico do espectro e tabela de elementos de EDX do silicato tricálcico acrescido de subcarbonato de bismuto (grupo 4) com 28 dias em SBF.....	98
Figura 42 – Fotomicrografias eletrônicas de varredura do silicato tricálcico acrescido de sulfato de bário (grupo 5) com 28 dias em SBF. A) imagem produzida com 2.000x de magnificação; B) imagem produzida com 10.000x de magnificação.....	99
Figura 43 – Gráfico do espectro e tabela de elementos de EDX do silicato tricálcico acrescido de sulfato de bário (grupo 5) com 28 dias em SBF. ....	99
Figura 44 – Fotomicrografias eletrônicas de varredura do cimento Portland acrescido de óxido de bismuto (grupo 6) com 28 dias em SBF. A) imagem produzida com 2.000x de magnificação; B) imagem produzida com 10.000x de magnificação.....	100

Figura 45 – Gráfico do espectro e tabela de elementos de EDX do cimento Portland acrescido de óxido de bismuto (grupo 6) com 28 dias em SBF. ....	100
Figura 46 – Fotomicrografias eletrônicas de varredura do Biodentine™ (grupo 7) com 28 dias em SBF. A) imagem produzida com 2.000x de magnificação; B) imagem produzida com 10.000x de magnificação....	101
Figura 47 – Gráfico do espectro e tabela de elementos de EDX do Biodentine™ (grupo 7) com 28 dias em SBF.....	101

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

$(\text{Bi}_5\text{O}(\text{OH})_9(\text{NO}_3)_4)$	Subnitrato de bismuto
$(\text{BiO})_2\text{CO}_3$	Subcarbonato de bismuto
BC	Endosequence BC Sealer
$\text{Bi}_2\text{O}_2(\text{CO}_3)$	Carbonato de bismuto
$\text{Bi}_2\text{O}_3$	Óxido de bismuto
CaO	Óxido de cálcio
$\text{CaWO}_4$	Tungstato de cálcio
$\text{CHI}_3$	Iodofórmio
CIV	Cimento de ionômero de vidro
CP	Cimento Portland
CPP-ACP	Fosfopeptídeo de caseína - fosfato de cálcio amorfo
DPBS	Solução tampão de fosfato de Dulbecco
DRX	Difratometria de raios-X
EDA	Difração eletrônica de área
EDX	Espectroscopia por energia dispersiva de raios-x
FBS	Soro fetal bovino
FRX	Espectrometria de fluorescência de raios-X
FTIR	Espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier
HA	Hidroxiapatita
HBSS	Solução salina balanceada de Hanks
ICP-OES	Espectroscopia de emissão óptica de plasma
IRM	Material restaurador intermediário
ISO	International organization for standardization
MET	Microscopia eletrônica de transmissão
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
Micro-CT	Microtomografia computadorizada
MTA	Agregado trióxido mineral
MTAnano	Agregado trióxido mineral de partículas nanométricas
PbO	Óxido de chumbo
PBS	Solução tampão fosfatada

PG	Propilenoglicol
BaSO <sub>4</sub>	Sulfato de bário
SBF	Fluido corporal simulado
SiO <sub>2</sub>	Óxido de silício
ST	Silicato tricálcico
TM	Trademark
WDS	Espectroscopia de comprimento de onda dispersivo
WMTA	Agregado trióxido mineral branco
XPS	Espectroscopia de raios-X de fotoelétrons
XRF	Fluorescência de raios-X
ZnO	Óxido de zinco
ZrO <sub>2</sub>	Óxido de zircônio



## LISTA DE SÍMBOLOS

%	Por cento
°	Grau
°C	Grau Celsius
Al	Alumínio
Au	Ouro
C	Carbono
Ca	Cálcio
cm	Centímetro
Cu	Cobre
Fe	Ferro
g	Gramma
g/ml	Gramma por mililitro
h	Hora
K	Potássio
kV	Kilovoltagem
Mg	Magnésio
mg/mL	Miligramma por mililitro
mm	Milímetro
mm/min	Milímetros por minuto
mmAl	Milímetros de alumínio
MPa	Mega Pascal
Na	Sódio
Ni	Niquel
nm	Nanômetro
n°	Número
O	Oxigênio
P	Fósforo
pH	Potencial hidrogeniônico
s	Segundo
S	Enxofre

Si	Silício
Sr	Estrôncio
µm	Micrômetro

## SUMÁRIO

<b>1 INTRODUÇÃO</b> .....	24
<b>2 REVISÃO DE LITERATURA</b> .....	26
<b>2.1 Principais cimentos à base de silicato tricálcico</b> .....	26
2.1.1 <u>Agregado Trióxido Mineral (MTA)</u> .....	26
2.1.2 <u>Biodentine™</u> .....	33
<b>2.2 Propriedades físico-químicas dos cimentos à base de silicato tricálcico</b> ...	38
2.2.1 <u>Bioatividade e Caracterização</u> .....	38
2.2.2 <u>Microdureza superficial</u> .....	49
2.2.3 <u>Radiopacidade</u> .....	52
2.2.4 <u>Resistencia à compressão</u> .....	58
2.2.5 <u>Solubilidade</u> .....	62
2.2.6 <u>Tempo de presa inicial</u> .....	65
<b>3 OBJETIVOS</b> .....	70
3.1 <b>Objetivos gerais</b> .....	70
3.2 <b>Objetivos específicos</b> .....	70
<b>4 MATERIAIS E MÉTODOS</b> .....	71
4.1 <b>Materiais</b> .....	71
4.2 <b>Preparo dos cimentos</b> .....	71
4.3 <b>Caracterização dos cimentos</b> .....	72
4.4 <b>Bioatividade</b> .....	73
4.5 <b>Microdureza superficial</b> .....	74
4.6 <b>Radiopacidade</b> .....	75

<b>4.7 Resistência à compressão</b> .....	76
<b>4.8 Solubilidade</b> .....	77
<b>4.9 Tempo de presa inicial</b> .....	79
<b>5 RESULTADOS</b> .....	80
<b>5.1 Caracterização dos cimentos</b> .....	80
<b>5.2 Bioatividade</b> .....	87
<b>5.3 Microdureza superficial</b> .....	102
<b>5.4 Radiopacidade</b> .....	103
<b>5.5 Resistência à compressão</b> .....	105
<b>5.6 Solubilidade</b> .....	106
<b>5.7 Tempo de presa inicial</b> .....	107
<b>6 DISCUSSÃO</b> .....	109
<b>6.1 Caracterização dos cimentos</b> .....	110
<b>6.2 Bioatividade</b> .....	111
<b>6.3 Microdureza superficial</b> .....	112
<b>6.4 Radiopacidade</b> .....	112
<b>6.4 Resistência à compressão</b> .....	113
<b>6.5 Solubilidade</b> .....	114
<b>6.6 Tempo de presa inicial</b> .....	115
<b>7 CONCLUSÕES</b> .....	117
<b>REFERÊNCIAS</b> .....	118

## 1 INTRODUÇÃO

Nos cimentos hidráulicos à base de silicato, a forma tricálcica deste composto é a mais prevalente e de maior importância nos processos biológicos (Darvell e Wu). Este biomaterial foi pesquisado como possível substituto de osso (ZHAO; CHANG, 2004; ZHAO et al., 2005; HUAN; CHANG, 2008a; HUAN; CHANG, 2008b) e, a partir de 2008, foi avaliado com um material de potencial uso na Odontologia (WANG et al. 2008, CHEN et al., 2009).

Dos biomateriais classificados como cimentos hidráulicos à base de silicato, o agregado trióxido mineral (MTA) é o principal, tendo na sua composição 68% de silicato tricálcico (ST) (BELÍO-REYES et al., 2009; CAMILLERI, 2011), além de silicato dicálcico, aluminato tricálcico, sulfato de cálcio e óxido de bismuto ( $\text{Bi}_2\text{O}_3$ ), apresentando ainda pequenas quantidades de outros óxidos minerais responsáveis pelas propriedades físicas e químicas desse agregado (TORABINEJAD et al., 1995; CAMILLERI et al., 2005; BELÍO-REYES et al., 2009). Por ser hidrofílico, apresentar biocompatibilidade e excelente selamento, o MTA passou ser considerado o cimento de escolha em retro-obturações e em tratamentos de perfurações ou rasgos radiculares (TORABINEJAD et al., 1993; LEE et al. 1993; ROBERTS et al., 2008). Posteriormente, outras aplicações foram conferidas ao MTA, como: apicificações, apicigêneses, pulpotomias, capeamentos pulpares e revascularizações (ROBERTS et al., 2008; SAEKI et al., 2014). Essas aplicações foram atribuídas ao MTA principalmente devido à sua bioatividade, propriedade que está relacionada à capacidade do biomaterial em induzir a formação de uma camada de hidroxiapatita em sua superfície, estimulando a diferenciação celular e o crescimento de tecido ósseo (SARKAR et al., 2005; TAY et al., 2007; TINGEY et al., 2008; HAN et al., 2010; GANDOLFI et al., 2010; CAMILLERI et al., 2013; HAN et al., 2013; CAMILLERI et al., 2014b; ELNAGHY et al., 2014; GANDOLFI et al., 2014; KIM et al., 2014; XUEREBO et al., 2015).

O Biodentine™ (Septodont, Saint Maur des Faussés, França) foi lançado no mercado mundial em 2009, como um material substituto de dentina. Os componentes do Biodentine™ são: ST, carbonato de cálcio, cloreto de cálcio e óxido de zircônio ( $\text{ZrO}_2$ ) como agente radiopacificador (GRECH et al., 2012). O Biodentine™ apresenta, quando comparado ao MTA, ótimo selamento e biocompatibilidade, menor tempo de

presa, propriedades mecânicas melhoradas, maior facilidade e padronização de manipulação e melhor trabalhabilidade (LAURENT et al., 2008; GRECH et. al., 2013; RAJASEKHARAN et al., 2014; MALKONDU et al., 2014).

O ST puro não exibe boa radiopacidade (FORMOSA et. al., 2012a; CAMILLERI et al., 2013a), assim como o cimento Portland (BORTOLUZZI et al., 2009; HUNGARO-DUARTE et. al., 2009; FORMOSA et. al., 2012a; MARCIANO et al., 2013; SAGHIRI et al., 2015), necessitando de um aditivo radiopacificador para o emprego como material odontológico. O MTA apresenta na sua composição o  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  como agente radiopacificador e o Biodentine™, o  $\text{ZrO}_2$ . O subcarbonato de bismuto ( $(\text{BiO})_2\text{CO}_3$ ) e o sulfato de bário ( $\text{BaSO}_4$ ) são agentes radiopacificadores empregados em cimentos endodônticos (BORTOLUZZI et al., 2009; HUNGARO-DUARTE et. al., 2009).

Considerando que o ST é o composto com maior concentração nos principais cimentos hidráulicos utilizados na odontologia, e a carência de estudos analisando as propriedades desse material puro ou acrescido de diferentes radiopacificadores, o presente trabalho visa avaliar algumas propriedades físico-químicas do ST puro ou com adição de 20% de  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ ,  $\text{ZrO}_2$ ,  $(\text{BiO})_2\text{CO}_3$  ou  $\text{BaSO}_4$ , buscando desenvolver um novo cimento hidráulico à base de silicato com formulação mais simples que o MTA e o Biodentine™.

## 2 REVISÃO DE LITERATURA

### 2.1 Principais cimentos à base de ST

#### 2.1.1 Agregado Trióxido Mineral (MTA)

Torabinejad et al., em 1993, relataram pela primeira vez na literatura sobre um agregado de trióxidos minerais experimental, recém desenvolvido, para selar possíveis perfurações radiculares e retrobturações. Os autores avaliaram *in vitro* a infiltração marginal do amálgama, Super EBA e MTA utilizados como materiais retro-obturadores. Neste estudo foram utilizados 30 dentes unirradiculares, que tiveram suas coroas cortadas e seus canais preparados, obturados e impermeabilizados com duas camadas de esmalte de unhas externamente aos espécimes. Os espécimes foram divididos aleatoriamente em grupos e tiveram os três últimos milímetros apicais seccionados e retropreparados com 1,5 mm de diâmetro por três mm de profundidade para posteriormente serem preenchidos com os materiais testados. Os controles positivo e negativo foram obturados somente com guta-percha ou totalmente impermeabilizados, respectivamente. As raízes foram totalmente imersas em tinta fluorescente do tipo rodamina B por 24 h, sendo então seccionadas longitudinalmente e analisadas por meio de um microscópio. A quantidade de tinta infiltrada foi mensurada linearmente em milímetros e escores foram dados de acordo com a percolação da tinta na interface da dentina com o material. O controle positivo mostrou infiltração completa, enquanto o controle negativo não apresentou infiltração. Com exceção do MTA, com pouca ou nenhuma percolação, os materiais apresentaram infiltração marginal. Os dados mostraram que os materiais retro-obturadores não apresentam um bom selamento, porém o MTA é um material capaz de promover um selamento apical melhor fazendo deste material um cimento retro-obturador ideal levando em consideração suas demais propriedades.

Torabinejad et al., em 1995, determinaram a composição química, pH e radiopacidade do MTA, também comparando o tempo de presa, resistência à compressão e solubilidade deste material com os materiais retro-obturadores

amálgama, Super-EBA e material restaurador intermediário (IRM). Para determinar a composição do MTA, foram utilizados espectroscopia por energia dispersiva de raios-x (EDX) em conjunto com microscopia eletrônica de varredura (MEV). A radiopacidade do MTA foi determinada de acordo com o método descrito pela International Organization for Standardization (ISO). O tempo de presa e resistência à compressão dos materiais foram determinadas de acordo com métodos recomendados pela *British Standards Institution*. A solubilidade foi avaliada de acordo com as especificações da *American Dental Association*. Os resultados mostraram que os principais componentes presentes no MTA são íons de cálcio e P. O MTA tem um pH inicial de 10,2, que se eleva para 12,5, após 3 h a sua manipulação. A radiopacidade do MTA mostra ser maior que do Super-EBA e IRM e menor que o amálgama. O amálgama teve o menor tempo de presa entre os materiais testados, com 4 min, enquanto o MTA mostrou-se com o mais longo, de 2 h e 45 min. O MTA mostrou a menor resistência à compressão, com 40 MPa mas aumentou após 21 dias para 67 Mpa. Nenhum dos materiais testados apresentou solubilidade nas condições do estudo. Com os resultados apresentados, os autores concluíram que o MTA tem melhores e mais adequadas propriedades para um material retro-obturador.

Os primeiros autores a mencionarem a semelhança entre o MTA o cimento Portland (CP) foram Estrela et al., em 2000, ao investigaram a composição química e ação antimicrobiana do MTA, CP, pasta de hidróxido de cálcio, Sealapex® e Dycal®. Foram utilizadas 30 placas de Petri, onde bactérias foram inoculadas em três cavidades de 4 mm de profundidade e 4 mm de diâmetro, sendo completamente preenchidas com os materiais a serem testados. As placas foram incubadas a 37 °C por 48 h. Os diâmetros das zonas de inibição microbiana e de difusão foram medidos e comparados. A análise química dos elementos presentes no MTA e em duas amostras de cimentos Portland foram realizadas com espectrometria de fluorescência de raios-X (FRX). Os resultados mostraram que a atividade antimicrobiana da pasta de hidróxido de cálcio foi superior a todos dos outros materiais testados. Nos CP foram observados os mesmos elementos químicos que o MTA, com a exceção do Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> presente no MTA, que lhe confere radiopacidade.

Funteas et al., em 2003, através de espectroscopia de emissão óptica de plasma (ICP-OES), compararam a concentração de 15 elementos do CP e do MTA. Os resultados mostraram uma grande semelhança entre os materiais, exceto pela



ausência de  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  no CP, concluindo que os materiais são estatisticamente semelhantes em 14 elementos.

Dammaschke et al., em 2005, analisaram a composição e a morfologia da superfície do MTA e de dois tipos de CP. Os cimentos foram analisados por espectroscopia de raios-X de fotoelétrons (XPS) e EDX. Os componentes menores foram identificados por ICP-OES e para analisar a superfície e as alterações morfológicas foi utilizada MEV. Os resultados mostraram que os CP são compostos de partículas com uma grande variedade de tamanhos, enquanto o MTA apresenta partículas uniformemente menores. O MTA tem metade da quantidade de sulfato de cálcio em relação aos cimentos Portland. A composição química e a superfície dos materiais são semelhantes, porém, exibem diferenças marcantes, por essas razões o MTA não pode ser simplesmente substituído pelo CP.

Com o objetivo de avaliar a composição e a morfologia do MTA branco e do MTA cinza antes e depois da sua manipulação, Camilleri et al., em 2005, realizaram testes de MEV e EDX. O MTA cinza apresentou partículas irregulares, que não foi encontrado no MTA branco que apresentou partículas mais regulares com relação ao tamanho. O MTA cinza contém traços de ferro e alumínio, diferentemente do MTA branco. A morfologia da superfície dos materiais foi semelhante, apresentando uma superfície lisa quando imersas em água e cristalinizada quando imersas em solução fosfatada. Os autores concluíram que as duas formulações do MTA apresentam características semelhantes, diferindo apenas na presença de traços de metais no cimento cinza, que justifica a diferença de cor entre os materiais e finalizam considerando o MTA como um hidróxido de cálcio em uma matriz de sílica.

Sarkar et al., em 2005, caracterizaram as reações do MTA em fluido sintético a base de fosfato com dentina radicular de dentes humanos extraídos. Foram utilizados MEV, EDX, ICP-OES e difratometria de raios-X (DRX). Dentes endodonticamente preparados e preenchidos com MTA e armazenados no fluido sintético a 37 °C por 2 meses produziram na parede dentinária uma camada aderente semelhante em composição à hidroxiapatita (HA). Os autores concluíram que os íons cálcio liberado pelo MTA reage com os íons P do fluido sintético produzindo uma camada de HA.

Tay et al., em 2007, caracterizaram a superfície dos CP e do MTA branco imersos em solução tampão fosfatada (PBS). Foi utilizado CP branco misturado com água deionizada, colocado em moldes flexíveis para obter os corpos-de-prova e mantidos a 100% de umidade relativa até sua utilização. Cinquenta blocos de cimento

foram colocados em recipientes de perfurado e imersos em PBS, sob agitação magnética por 10 dias. Foram analisados por MEV, EDX, DRX, microscopia eletrônica de transmissão (MET) e espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) além de medições de pH e turbidez. Uma fase amorfa de fosfato de cálcio foi formada inicialmente na superfície dos materiais, além de cristais de apatita carbonatados tipo B. O fosfato de cálcio amorfo é um intermediário que precede a formação de apatita biológica na calcificação óssea. Assim, as manifestações clínicas de bioatividade com o uso do MTA podem ser parcialmente atribuídas à capacidade de indução de mineralização de seu componente principal, o CP, que é potencialmente bioativo na presença de PBS.

Oliveira et al., em 2007, compararam os componentes do CP com os constituintes de dois cimentos de MTA (Pro-Root® e Angelus®). Foram confeccionados 12 corpos-de-prova de cada material e analisados em MEV. Os autores concluíram que os cimentos apresentam similaridade em seus constituintes, exceto pela presença do Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nos cimentos MTA. Os autores concluíram que essa similaridade indica a possibilidade de utilização do CP como alternativa ao cimento MTA clinicamente.

Nekoofar et al., em 2007, avaliaram o efeito da pressão de condensação realizada durante a manipulação do ProRoot MTA branco, na microdureza superficial, microestrutura e resistência a compressão. Para isso 6 grupos, com 10 espécimes cada, foram submetidos a força de condensação de 0,06, 0,44, 1,68, 3,22, 4,46 e 8,88 MPa, no momento da manipulação. Os corpos-de-prova foram avaliados em MEV para análise da estrutura do material. A microdureza superficial de cada espécime foi mensurada utilizando-se um microdurômetro com o método Vickers e o teste de resistência a compressão foi realizado em uma máquina universal de ensaio. Os resultados mostraram que quanto maior for a pressão de condensação, menor se apresenta a microdureza superficial. Quando a força de condensação foi de 8,88 MPa, a resistência a compressão foi significativamente menor em relação aos outros grupos. Os autores concluíram que a pressão de condensação pode afetar a resistência superficial e a microdureza do cimento MTA branco e sugeriram a padronização da pressão de condensação para os próximos estudos.

Tingey et al., em 2008, analisaram a superfície e a morfologia dos cimentos MTA cinza e branco na presença de soro fetal bovino (FBS). Para tanto, 8 blocos de MTA foram preparados onde metade foram colocados em água e a outra metade no FBS. Os espécimes foram preparados para análise em MEV, EDX e fluorescência de

raios-X (XRF). Não foram encontradas diferenças entre o MTA branco e o cinza quando colocados na mesma solução. No entanto, ambos os cimentos no FBS e na água apresentaram diferenças morfológicas e químicas. Quando colocado em FBS, a superfície do MTA apresentou uma distribuição homogênea e uma aparência globular. O MTA colocado em água se apresentou heterogênea, contendo grandes placas hexagonais de compostos cristalinos de cálcio incorporados a um conjunto de cristais globulares. Esses resultados mostram não haver diferença na presença ou ausência de ferro no MTA em sua superfície nem em relação ao meio, porém os cimentos apresentaram diferenças de acordo com o meio em que foram aplicados. Os autores sugeriram a utilização do modelo de estudo *in vivo* para melhor avaliar as condições de uso clínico para esse cimento.

Em uma revisão de literatura, Roberts et al., em 2008, estudaram a composição, principais propriedades e resultados de estudos clínicos que envolviam a utilização do MTA em diferentes procedimentos na odontologia. O MTA tem demonstrado ser o melhor material de reparação em endodontia por conta de suas propriedades, mas principalmente por sua biocompatibilidade, devido a sua capacidade para formar uma camada de HA quando exposto a soluções fisiológicas simuladas. Tanto em estudos animais quanto em humanos, o MTA apresentou um excelente potencial como material de proteção pulpar e de selamento de pulpotomias. Estudos preliminares sugerem a utilização do MTA como tampão apical para tratamentos de apicificação e apicigênese em casos de tratamento endodôntico em dentes com rizogênese incompleta. Para todos os procedimentos acima citados os autores enfatizaram a necessidade de estudos clínicos de longo prazo sobre a utilização do MTA nesses tipos de tratamentos. Os autores puderam concluir que o MTA tem um excelente potencial de utilização em vários procedimentos dentro da odontologia.

Zhang et al., em 2009, avaliaram *in vitro* a atividade antimicrobiana do MTA e do Bioaggregate® com *Enterococcus faecalis*. Foram utilizados os pós de Bioaggregate® e MTA sem tomar presa, pó dos cimentos tomados presa triturados em gral e pistilo e os corpos-de-prova com presa completa suspensos em água estéril para o teste de exposição direta. O efeito da atividade antimicrobiana dos cimentos misturados com quantidades iguais de pó de dentina humana também foi testado. Bioaggregate® e MTA em pó foram igualmente eficazes na eliminação bacteriana e causou uma redução significativa na viabilidade das bactérias por 6 min. O Pó dos

cimentos esmagados foi igualmente ou mais eficaz que os pós sem presa, em eliminar as bactérias. Os corpos-de-prova íntegros eliminaram as bactérias por 4 h, sem diferença entre os cimentos. A adição de quantidades iguais de dentina em pó para a suspensão de Bioaggregate® ou MTA pós resultou na eliminação mais rápida das bactérias. Os autores concluíram que tanto o Bioaggregate® quanto o MTA apresentam uma atividade antimicrobiana e a presença de pó de dentina aumenta ainda mais essa capacidade frente a *Enterococcus faecalis*.

Belio-Reyes et al., em 2009, determinaram a composição do ProRoot® MTA, através de EDX, com análise quantitativa por Rietveld e análise térmica diferencial. Os resultados mostraram picos de O, Al, Si, Bi, S e Ca, como elementos principais. ProRoot® MTA é composto de óxido de 51,9% de ST, 23,2% de silicato de dicálcico, 19,8%  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ , 3,8% de aluminato de cálcio, e 1,3% sulfato de cálcio. Os elementos traços detectados foram Fe, Ni, Cu, e Sr. Os autores concluíram que o MTA é constituído basicamente por ST, dicálcico, pequenas proporções de aluminato tricálcico, e  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  adicionado para conferir radiopacidade ao material.

Analisando a morfologia e composição química da precipitação formada na superfície do MTA imerso em PBS ou água destilada, Han et al., em 2010, confeccionaram corpos-de-prova de MTA em moldes em forma de discos medindo 8 mm de diâmetro por 4 mm de altura e após a presa final os espécimes foram mantidos a 37 °C e 100% de umidade por 4 h. posteriormente foram divididos aleatoriamente em 2 grupos com 10 amostras por grupo, que se diferenciavam pela solução onde o material estava imerso, água destilada ou PBS. Depois de um ou 14 dias de imersão, os precipitados formados nos discos de MTA foram analisados usando MEV, EDX e FTIR. A análise de FTIR revelou a presença de hidróxido de cálcio na superfície. Nas amostras de PBS, cristais com forma de agulhas e de lança foram formados na superfície. Os autores concluíram que os precipitados formados em água destilada foram identificados como carbonato de cálcio ( $\text{CaCO}_3$ ) e hidróxido de cálcio, enquanto os precipitados formados pela imersão do MTA em PBS foram de fosfato de cálcio amorfo, um precursor de apatita biológica.

Parirokh e Torabinejad, em 2010, realizaram um detalhado levantamento bibliográfico sobre as propriedades químicas, físicas e antimicrobianas do MTA e suas novas formulações experimentais. Nos trabalhos revisados os componentes principais do MTA são: Ca, Si e Bi. Os autores mencionaram que existe algumas diferenças na literatura com relação a composição química do MTA, podendo estar relacionadas

com os equipamentos usados para este teste. O MTA quando hidratado forma hidróxido de cálcio e silicato de cálcio, que formam cristais sólidos e porosos. Sobre o teste de solubilidade, os autores afirmaram que a medição da diferença de peso antes e após da imersão do material em água pode não resultar na solubilidade, visto que as partículas do material podem destacar-se do cimento ou o próprio cimento pode absorver água, atrapalhando a avaliação da solubilidade real. Os autores concluíram que estudos mais detalhados para todas as propriedades das novas composições da MTA são necessários antes de recomenda-los para aplicações clínicas.

Gandolfi et al., em 2010, analisaram a bioatividade do MTA em função do tempo de imersão em solução tampão fosfatada de Dulbecco (DPBS). Discos de MTA foram confeccionados e imersos em DPBS por 10 min, 5 h, 1 e 7 dias. As superfícies dos cimentos foram estudadas por FTIR, espectroscopia de Raman e por EDX. O pH das soluções de armazenamento também foram investigados. Os resultados revelaram bandas de fosfato de cálcio após 5 h de imersão em DPBS. Depois de um dia, um revestimento uniforme composto de pequenas esferas de apatita foi observado. Com 7 dias a espessura dessa camada aumentou, o que permitiu detectar hidróxido de cálcio cristalino sobre a superfície do cimento, que levou a um aumento de pH do meio nesse tempo experimental. Os autores concluíram que o MTA é capaz de formar uma camada superficial de apatita em poucas horas, conferindo ao material bioatividade, podendo proporcionar uma vantagem clínica significativa em relação aos cimentos tradicionais usados em retro-obturações ou em reparos de perfurações radiculares.

Através de uma revisão de literatura sobre o mecanismo de hidratação do MTA, Darvell e Wu, em 2011, sugeriram o termo cimento hidráulico à base de silicato como denominação desse tipo de material devido o surgimento de novos cimentos de constituição parecidas com o MTA. Os autores concluíram que novos materiais com melhores propriedades serão desenvolvidos a fim de eliminar as limitações e dificuldades encontradas atualmente com o MTA, viabilizando a utilização dessa classe de materiais na odontologia.

Saeki et al., em 2014, publicaram um caso clínico de revascularização pulpar utilizando MTA como barreira cervical. Uma paciente de 9 anos de idade com um segundo pré-molar inferior direito com rizogênese incompleta acometido por periodontite apical, necessitando então de tratamento. Depois de preparar uma cavidade de acesso à câmara pulpar, a paciente foi anestesiada e o dente recebeu

isolamento absoluto. Pode-se observar remanescentes pulpare e uma leve hemorragia. Uma leve irrigação com hipoclorito de sódio 5% e peróxido de hidrogênio 3% foi realizada e aplicados MTA e cimento de ionômero de vidro. O exame radiográfico mostrou uma ponte de dentina 5 meses após o procedimento de revascularização. O espessamento das paredes radiculares e fechamento apical completo foram confirmados 10 meses após o tratamento. Neste caso, MTA mostrou sucesso clínico e radiográfico no tratamento de revascularização em dente permanente imaturo. O êxito desse caso sugere que a MTA é um material confiável e eficaz para o tratamento endodôntico na odontopediatria.

### 2.1.2 Biodentine™

Ainda como um cimento experimental, do Biodentine™ foi avaliado por Laurent et al., em 2008, com relação a sua genotoxicidade, citotoxicidade e os efeitos sobre funções específicas de células pulpare, comparando com o MTA e o Dycal®. Foram realizados testes de mutagenicidade e genotoxicidade, citotoxicidade e os efeitos sobre as funções específicas por imuno-histoquímica com fibroblastos humanos da polpa. Os resultados revelaram nenhuma evidência de mutagenicidade. A porcentagem de mortalidade de células com o novo cimento foi semelhante ao de materiais biocompatíveis tais como MTA e foi inferior à obtida com o Dycal®. O novo material não interfere em funções específicas nas células pulpare. Os autores concluíram que o Biodentine™ simplifica muito as técnicas de proteção pulpar e suas propriedades biológicas, mecânicas e físicas, fazendo dele um material que pode ser utilizado como um material capeador pulpar e até mesmo como material restaurador, induzindo a deposição de dentina reacional.

Zanini et al., em 2012, avaliaram o efeito do Biodentine™ frente as células pulpare de ratos. O Biodentine™ foi adicionado ao meio de cultura na concentração de 1mg/mL e foram cultivadas células pulpare OD-21 e analisadas depois de 2, 3 e 5 dias de estimulação. Foram analisados a viabilidade celular, a atividade de fosfatase alcalina, a expressão genética e a biomineralização com os períodos modificados para de 1 a 10 dias. Os resultados para a viabilidade celular mostraram uma inibição inicial no tempo de 2 dias, porém, um aumento na proliferação celular em 3 e 5 dias. A

fosfatase alcalina diminuiu gradualmente, sugerindo que diferenciação celular pode ocorrer em condições piores que as do estudo. A biomineralização foi igual para os grupos com e sem o Biodentine™ até o tempo de 3 dias, após isso o Biodentine™ obteve resultados estatisticamente maiores. Os autores puderam concluir que o Biodentine™ apresenta uma capacidade muito boa de biomineralização, indicando que este material apresenta propriedades necessárias para ser um agente de proteção pulpar.

Tran et al., em 2012, avaliaram a capacidade do Biodentine™ em induzir a regeneração pulpar em um modelo de exposição pulpar em ratos. Para tanto, foram realizadas cavidades com exposição pulpar nos primeiros molares superiores de 27 ratos machos e na parede pulpar dessas cavidades foram colocados Biodentine™, MTA ou Hidróxido de cálcio PA e seladas com cimento de ionômero de vidro (CIV). O processo de reparo foi avaliado após 7, 15 e 30 dias. Os resultados de 7 dias mostraram que tanto o Biodentine™ quanto o MTA induziram a proliferação celular e a formação de tecido mineralizado. Nos demais tempos experimentais foram observadas pontes de dentina homogêneas no local da lesão, com presença de células odontoblásticas. Diferente disso, o tecido de reparação induzidos pelos casos tratados com Hidróxido de cálcio PA mostrou organização porosa, sugerindo um processo reparador diferente da resposta induzida pelo cimento de à base de ST. Os autores concluíram que o Biodentine™ pode ser utilizado para capeamentos pulpares diretos.

Para determinarem o tempo que o Biodentine™ pode permanecer como material restaurador em dentes posteriores, Koubi et al., em 2012, realizaram um estudo clínico onde, primeiramente, o Biodentine™ foi comparado com a resina composta Z100®, para avaliar durante quanto tempo ele pode ser usado como uma restauração provisória em dente posterior. Os resultados mostraram que quando ocorreu abrasão do material na cavidade e foi determinado o tempo como material provisório, o Biodentine™ passou a ser avaliada como material forrador e com resina composta Z100® em restaurações posteriores tipo sanduiche aberto. Foram avaliados 212 casos com tempo de acompanhamento de 1 ano. No dia que foi feita a restauração, ambos os materiais obtiveram bons resultados para a manipulação, forma anatômica, adaptação marginal e contato interproximal. Durante o acompanhamento, ambos os materiais mostraram resultados satisfatórios para rugosidade de superfície, nenhuma cárie secundária e dor pós-operatória. O

Biodentine™ manteve as propriedades de superfície aceitáveis em relação a superfície anatômica, adaptação marginal e contato interproximal até 6 meses. A descoloração marginal foi superior com Biodentine™ em comparação com a Z100®. Quando o Biodentine™ foi parcialmente retirado e utilizado como um substituto dentina e coberto com resina composta Z100®, as restaurações se mantiveram clinicamente sem sintomas. Os autores concluíram que o Biodentine™ é capaz de restaurar dentes posteriores por até 6 meses e quando subsequentemente coberto com resina composta Z100®, é um substituto dentina conveniente, eficaz e bem tolerado.

Zhou et al., em 2013, avaliaram a citotoxicidade do Biodentine™ em cultura de fibroblastos gengivais humanos em comparação com MTA e CIV. Os fibroblastos foram incubados por 1, 3 e 7 dias em um meio de cultura com as substâncias lixiviadas dos materiais ou diretamente na superfície dos materiais em meio de cultura. A citotoxicidade foi avaliada por citometria de fluxo e a adesão dos fibroblastos na superfície dos materiais visualizada por meio de MEV. A viabilidade das células foi grande nos casos onde foram expostas às substâncias lixiviadas do Biodentine™ e do MTA, diferente do CIV com pequena viabilidade celular. A adesão dos fibroblastos já pôde ser encontrada no Biodentine™ e MTA com tempo experimental de 1 dia e com adesão de células em maior número nos grupos de 3 e 7 dias. Os autores puderam concluir que o Biodentine™ tem resposta semelhante ao MTA frente a fibroblastos gengivais e ambos os materiais apresenta citotoxicidade menor que o CIV.

Nowicka et al., em 2013, compararam a resposta do complexo dentino-pulpar de dentes humanos após capeamento direto com Biodentine™ e MTA. Foram utilizados 28 molares permanentes, superiores ou inferiores, intactos e com indicação de exodontia por motivos ortodônticos. Foram realizadas cavidades tipo classe I e exposição direta da polpa, seladas com Biodentine™, MTA ou CIV. Após 6 semanas, os dentes foram extraídos, e deles confeccionadas lâminas histológicas coradas com hematoxilina-eosina, analisadas e categorizadas usando um sistema de escores. A maioria das amostras mostraram uma formação de ponte de dentina completa e ausência de resposta inflamatória da polpa. Foram encontradas camadas organizadas de odontoblastos e células odontoblásticas formando dentina tubular. A análise estatística não mostrou diferenças significativas entre os grupos. Os autores puderam



concluir que o Biodentine™ teve uma eficácia similar ao MTA nos capeamentos pulparem diretos.

Rajasekharan et al., em 2014, realizaram uma revisão sistemática da literatura, até novembro de 2013, com o objetivo de analisar detalhadamente as propriedades do Biodentine™ e comparar com outros cimentos de ST (MTA e Bioaggregate®). Os autores concluíram que o Biodentine™ apresenta melhores propriedades físicas e biológicas e pode ser uma alternativa ao MTA nas suas diversas aplicações. O Biodentine™ pode ser utilizado em procedimentos na endodontia, traumas dentais, dentística e odontopediatria, porém estudos clínicos ainda precisam ser realizados para comprovar todo o potencial que o material apresenta.

Através de uma revisão da literatura, Malkondu et al., em 2014, fizeram uma análise geral de estudos sobre Biodentine™, e avaliaram criticamente o conhecimento existente sobre as propriedades do material. Os autores puderam concluir que os estudos mostram excelentes dados do Biodentine™ em termos de propriedades físicas e biológicas. Os autores concluíram que embora mais estudos clínicos sejam necessários para comprovar suas diversas aplicações, o Biodentine™ é um provável produto substituto de dentina.

De Rossi et al., em 2014, avaliaram a resposta do tecido pulpar e periapical em dentes de cachorros que sofreram pulpotomias e capeamentos pulpares utilizando Biodentine™ e comparando com o MTA por meios radiográficos e histológicos. Para tanto 30 dentes com duas raízes foram divididos em dois grupos de acordo com o material a ser utilizado. Os dentes foram radiografados antes dos procedimentos com um dispositivo a fim de padronizar a angulação das exposições. Os animais foram sacrificados e radiografados 120 dias após os procedimentos e a região dos dentes foram seccionadas e processadas para obtenção de lâminas histológicas das regiões. As lâminas foram analisadas quantitativamente e qualitativamente. Radiograficamente, os dentes onde foi utilizado Biodentine™ apresentaram uma formação mineral na região do capeamento pulpar em 96,8% dos casos, já os casos onde foi utilizado o MTA foi 72,2%, sendo esta uma diferença estatisticamente relevante. Em todos os casos a lâmina dura se mostrou intacta, portanto nenhum caso apresentou lesão apical ou reabsorção para ambos os materiais. Histologicamente, os materiais se comportaram de forma semelhante nos casos onde foi obtido a barreira mineral. Pode-se concluir que o Biodentine™ apresentou boa

biocompatibilidade e permitiu a formação de tecido mineralizado maior após pulpotomias, em relação ao MTA.

Attik et al., em 2014, compararam *in vitro* a biocompatibilidade do Biodentine™ e do MTA em cultura de células osteoblásticas e caracterizaram a superfície dos materiais. Foram utilizadas células osteoblásticas MG63 em contato direto com os cimentos por 1, 3 e 5 dias. Após os tempos experimentais foram avaliadas as superfícies dos materiais em microscopia atômica, a viabilidade celular, quantificação de proteínas e morfologia das células por MEV. As superfícies de ambos os materiais se mostraram irregulares e semelhantes, assim como a viabilidade celular. O pico da quantidade de proteínas se deu no período de 3 dias, reduzindo quando avaliado em 5 dias para os dois materiais testados. O Biodentine™ se mostrou tão tolerável quanto o MTA nos testes de citotoxicidade e o crescimento celular nas suas superfícies, podendo concluir que os materiais possuem biocompatibilidade óssea semelhante.

Caron et al., em 2014, publicaram um estudo clínico relatando o uso bem-sucedido de Biodentine™ como um material retro-obturador em cirurgias parodontodônticas. Avaliação de cura foi verificada clinicamente e radiograficamente para ambos os casos de estudo, após 2 anos de acompanhamento. Ambos os casos foram pacientes do sexo feminino onde o exame radiográfico revelou uma lesão periapical persistente no dente 25. Os dentes eram restaurados com coroas e núcleos metálicos. Os dois casos foram tratados com cirurgia parodontodôntica com apicectomia, retro-preparo com insertos de ultrassom e retro-obturações com Biodentine™. Acompanhamentos foram programados após 1 semana para a remoção da sutura e avaliação da cicatrização dos tecidos moles, em seguida, aos 3, 6 e 12 meses para a avaliação da formação óssea. Ambos os casos foram considerados completamente curados com 1 ano de preservação e isso foi confirmado no segundo ano de acompanhamento. O exame radiográfico mostrou completa cura da lesão periapical e reconstituição do espaço do ligamento periodontal. Os autores atentaram para a baixa radiopacidade do Biodentine™ durante as radiografias pós-operatórias e de controle, relatando uma certa dificuldade em diferenciar o material da dentina, mostrando ser um problema grave do Biodentine™ que precisa ser mais estudado devido a sua importância dentre as propriedades dos materiais. Os autores puderam concluir que o Biodentine™ é um bom material retro-obturador, demonstrando excelentes propriedades biológicas e rápido tempo de presa, porém com radiopacidade baixa.

Widbiller et. al., em 2015, avaliaram a compatibilidade celular e a habilidade de induzir diferenciação e mineralização celular em culturas tridimensionais de celular precursoras da polpa dental em contato direto com Biodentine™, MTA e CIV. Os resultados mostraram que a viabilidade celular foi maior no Biodentine™, seguido do MTA. A atividade de fosfatase alcalina foi menor nas células de Biodentine™ em comparação com MTA, entretanto os padrões de expressão de genes eram semelhantes. Os autores concluíram que com os aumentos da viabilidade celular e níveis semelhantes de expressão de genes associados a mineralização em culturas tridimensionais do Biodentine™ e do MTA indicam que os materiais apresentam compatibilidade celular e bioatividade.

## **2.2 Propriedades físico-químicas dos cimentos à base de ST**

### **2.2.1 Bioatividade e caracterização**

Mayer et al., em 1997, avaliaram o precipitado de hidroxiapatitas dopadas com diferentes quantidades de Mg. Para tanto foram realizados os testes de MEV, DRX e FTIR. Os resultados mostraram que na presença de carbonato, os cristais foram menores, como seria de esperar pelos autores, porém quando na presença de Mg o precipitado exibiu cristais maiores e mais espessos. Os autores concluíram que ocorre um aumento no tamanho dos cristais da precipitação da HA como resultado da incorporação de baixos níveis de Mg durante sua e que essas concentrações de Mg testadas podem ser naturalmente encontradas no esmalte dental, dentina e osso.

Ao sintetizar o ST por um processo sol-gel, Zhao e Chang em 2004, caracterizaram o ST em fluido corporal simulado (SBF) a 37 °C, durante 10 dias. Após isso, as amostras foram trituradas e o pó resultante disso foi levado para análise. As variações de superfície, estruturais e morfológicas dos pós antes e após a imersão em SBF foram caracterizados por DRX e MEV. Antes da imersão em SBF, as partículas do pó tinham alguns poros e após 10 dias, os poros desapareceram e as superfícies das amostras foram cobertas com HA. Os autores concluíram que o ST

apresentou excelente bioatividade *in vitro* e é um potencial material para reparação tecidual.

Zhao et al., em 2005, investigaram algumas propriedades físicas e bioatividade do ST. Para preparar o cimento, o pó de ST foi misturado com quantidades diferentes de água deionizada com proporção pó/líquido de 0,8, 1,0 e 1,2. Após sua manipulação o cimento foi aplicado em moldes de aço inoxidável com diâmetro de 10 mm por 2 mm de espessura, e armazenado em ambiente úmido a 37°C. Foram avaliados tempo de presa, densidade, porosidade, superfície, resistência à compressão, ensaio de proliferação celular e taxa de hidratação. Os resultados indicaram que o cimento induz a formação de HA, quando expostos ao SBF, e, além disso possui um efeito estimulador no crescimento celular, mostrando sua bioatividade e sugerindo que o cimento pode ser um potencial candidato para implantes ósseos e substituto de tecido dental.

Kokubo e Takadama, em 2006, avaliaram o método *in vitro* de avaliação de bioatividade de um biomaterial, visto que a capacidade de integração de um material ao osso é frequentemente avaliada examinando a capacidade de formar apatita sobre a sua superfície quando em contato com um SBF com concentrações de ions semelhantes às do plasma sanguíneo humano. No entanto, a validade deste método para avaliar a capacidade de integração de um material ao osso não havia sido avaliada sistematicamente. Os autores concluíram que a análise da formação de apatita sobre um biomaterial em SBF é útil para prever a bioatividade de um material *in vivo*, e o número de animais utilizados e a duração das experiências em animais pode ser reduzida extraordinariamente, utilizando este método. Os autores também descreveram, de forma detalhada, os métodos de manipulação do SBF e o método de análise de bioatividade *in vitro* de biomateriais.

Huan e Chang, em 2008a, avaliaram os efeitos do carbonato de sódio ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) nas propriedades do ST, evidenciando a possibilidade de utilizá-lo como material de preenchimento ósseo. Foram realizados testes de tempo de presa, injetabilidade, resistência a compressão, caracterização de superfície, solubilidade e bioatividade. Para o experimento foram utilizados 10%, 15%, 20% e 25% de solução de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  e água para o grupo controle, misturados ao pó de ST. Após a mistura, o cimento foi levado aos moldes de aço inoxidável com 6 mm de diâmetro e 8 mm de altura. Para caracterização de superfície os corpos-de-prova foram submetidos a MEV e EDX depois de 24 h. As superfícies dos cimentos foram diferentes, com cristais

uniformemente distribuídos para o grupo manipulado com água e espículas não uniformes nos cimentos com  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ . Para o teste de bioatividade, as amostras foram imersas em SBF por 7 dias, e, em todas as amostras foram encontradas camadas de HA. Os autores concluíram que a adição da solução de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  ao ST altera sua superfície sem afetar a sua bioatividade, demonstrando que o material pode ser utilizado como preenchimento ósseo.

Em um estudo semelhante ao anterior, Huan e Chang, em 2008b também avaliaram as propriedades do ST, porém com  $\text{CaCO}_3$ . Foram realizados testes de tempo de presa, injetabilidade, resistência a compressão, caracterização de superfície, solubilidade e bioatividade *in vitro*. Os cimentos foram preparados com a percentagem de  $\text{CaCO}_3$  de 0%, 10%, 20%, 30%, e 40% do peso final do cimento. Os cimentos foram manipulados com água deionizada e as misturas foram levada a moldes de aço inoxidável com diâmetro de 6 mm e mantidos a 37 °C em ambiente úmido por diferentes períodos de tempo. As amostras foram avaliadas por MEV e DRX. Não foram observadas diferenças estruturais significativas entre as amostras com diferentes proporções de  $\text{CaCO}_3$ . Em comparação com o ST puro as amostras dopadas indicaram que os cristais de  $\text{CaCO}_3$ , estavam localizados uniformemente na superfície das partículas dos cimentos. Com relação a bioatividade, em todos os grupos foram observadas a formação de uma camada de HA na superfície. Os autores concluíram que a adição de  $\text{CaCO}_3$  ao ST melhora as propriedades do material e que essa associação pode ser considerada nas aplicações em regeneração óssea.

Wang et al., em 2008, avaliaram o efeito do cloreto de cálcio ( $\text{CaCl}_2$ ) sobre o tempo de presa, pH, resistência a compressão, caracterização de superfície e bioatividade do ST. Corpos-de-prova foram confeccionados através da mistura de ST com 0%, 5%, 10% e 15% de  $\text{CaCl}_2$  com água deionizada e colocados em moldes metálicos com diâmetro de 6 mm por 10 mm de espessura e condicionados a 37 °C e imersos em solução de SBF a 37 °C por 7 dias. As amostras foram avaliadas por MEV e DRX. Os resultados mostraram que com a adição de  $\text{CaCl}_2$  aumenta o pico de hidróxido de cálcio e diminui a porosidade da superfície a partir de 10% de concentração do aditivo e 15% esses efeitos passam a diminuir. Foram observadas, em todos os grupos, uma camada de HA selando todos os poros da superfície dos cimentos. Os autores concluíram que a adição de  $\text{CaCl}_2$  acelera o tempo de presa e melhora as demais propriedades testadas quando utilizado na proporção de 10% sem alterar sua bioatividade.

Gandolfi et al., em 2009, avaliaram a bioatividade *in vitro* e a viabilidade e proliferação celular em cultura de osteoblastos de um cimento experimental a base de ST e dicálcico acrescidos ou não por  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ . Os cimentos foram manipulados com DPBS na proporção 2:1 e confeccionados discos de 12 mm de diâmetro. Os discos foram imersos em DPBS depois de 5 h, 14, e 28 dias e posteriormente em cultura de celular de osteoblastos. Os discos foram avaliados em MEV e EDX para o teste *in vitro*. Os resultados mostraram uma superfície uniforme em ambos os cimentos no tempo de 5 h e uma camada múltipla e irregular de fosfato de cálcio com muitos cristais afilados e salientes em ambos os cimentos de 14 e 28 dias. Os resultados de cultura de células mostraram que ambos os cimentos não exerceram toxicidade aguda com um crescimento celular mais proeminente no grupo de 5 h. O cimento contendo  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  permitiu uma viabilidade celular reduzida sugerindo alguns efeitos citotóxicos. No entanto, a camada espessa formada sobre as amostras de 28 dias reduziu o efeito deletério do  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  com relação ao crescimento celular. Os autores concluíram que estes materiais são viáveis para o crescimento de células osteoblásticas, podem induzir a formação de osso precocemente e possuem propriedades biológicas adequadas para serem utilizados como materiais retro-obturadores, para selamento de perfurações radiculares e capeamento pulpar.

Han et al., em 2010, analisaram morfologia e composição química dos precipitados formados no MTA imersos em PBS e água destilada. Foram confeccionados 20 corpos-de-prova medindo 8 mm de diâmetro por 4 mm de altura; após a presa final os mesmos foram armazenados a 37 °C e 100% de umidade por 4 h, onde foram divididos aleatoriamente e imersos em água destilada ou PBS por 1 ou 14 dias. Os precipitados formados nos discos de MTA foram analisados usando MEV, EDX e FTIR. Nas amostras imersas em água destilada, a superfície apresentava cristais cúbicos à base de cálcio, oxigênio e carbono. A análise com FTIR revelou a presença de hidróxido de cálcio na superfície. Nas amostras de PBS, cristais esféricos com espículas e cristais aciculares em forma de agulha ou lança foram formados na superfície. Nas amostras imersas em PBS formaram fosfato de cálcio amorfo, um precursor de HA. Os autores concluíram que os precipitados formados em água destilada foram identificados como  $\text{CaCO}_3$  e hidróxido de cálcio, enquanto os precipitados formados pela imersão do MTA em PBS foram de fosfato de cálcio amorfo, mostrando ser um material bioativo.

Gandolfi et al., em 2010, analisaram a bioatividade do MTA em função do tempo de imersão em DPBS, observando a formação de apatita na superfície dos materiais por MEV, EDX e FTIR. Discos de MTA foram preparados e imersos em DPBS por 10 min, 5 h, 1 e 7 dias. Os resultados das análises espectroscópicas revelaram bandas de fosfato de cálcio após 5 h de imersão em DPBS. Depois de 24 h, uma camada uniforme composta de pequenas esferas de apatita foi observada por EDX. Após 7 dias a sua espessura aumentou, o que permitiu a detecção de hidróxido de cálcio cristalino sobre a superfície do cimento. Os autores concluíram que o MTA possui a capacidade de formar uma camada de HA em poucas horas. A excelente bioatividade do MTA pode proporcionar uma vantagem clínica significativa em relação aos cimentos tradicionais utilizados em retropreparos ou em selamento de perfurações de raiz.

Em 2011, Camilleri investigou a substituição do CP, componente do MTA, por ST. O cimento foi caracterizado por MEV, EDX e DRX com refinamento de Rietveld. Para o experimento foram utilizados CP e ST em pó manipulados com água e colocados em discos circulares medindo 10 mm de diâmetro interno por 1 mm de espessura e condicionados em solução salina balanceada de Hanks (HBSS) a 37 °C por 28 dias. Os resultados mostraram partículas menores para o ST. O CP apresentou picos de alumínio e enxofre e o ST não apresentou nenhuma impureza mostrando 99% de ST. O CP apresentou 68% de ST na sua composição. Ambos os cimentos apresentaram uma camada rica em fósforo e cálcio na sua superfície quando condicionados em HBSS. Após 28 dias de hidratação ambos os cimentos se apresentaram com mais de 80% de hidróxido de cálcio. A autora concluiu que o ST pode substituir o CP na composição do MTA em fórmulas futuras principalmente por ser fabricado utilizando um método sol-gel a partir de matérias-primas puras, conferindo maior estabilidade das propriedades ao material.

Grech et al., em 2012, caracterizaram um protótipo de cimento composto por 80% de ST e 20% de ZrO<sub>2</sub> e compararam com Biodentine™ e Bioaggregate®, usando IRM como grupo controle. Os cimentos hidratados foram condicionados em HBSS e posteriormente caracterizados por MEV, EDX, DRX e FTIR. Os resultados mostraram que o pH dos cimentos é próximo de 12 com exceção do IRM que apresentou resultados próximos a 9. O Biodentine™ apresentou maiores valores para lixiviação de ions cálcio. A análise de EDX mostrou a semelhança entre os materiais com diferença apenas no agente radiopacificador e a presença de P no Bioaggregate®. As

partículas de  $ZrO_2$  são pequenas, diferentemente das partículas de óxido de tântalo. O Biodentine™ apresentou uma quantidade menor de radiopacificador em comparação ao protótipo testado. O Biodentine™ apresenta  $CaCO_3$  na sua composição que em pequenas partículas. Os autores concluíram que a hidratação do protótipo, Biodentine™ e Bioaggregate® resultou na formação de hidrato de silicato de cálcio e hidróxido de cálcio, que foi lixiviado em solução. Os materiais hidratados são compostos basicamente por cálcio e silício e um material radiopacificador. Biodentine™ apresenta  $CaCO_3$  e o Bioaggregate® fosfato de cálcio no pó.

Formosa et al., em 2012b, avaliaram a microestrutura e a superfície do ST e do CP em meios com 100% de umidade ou imerso em água ou HBSS a 37 °C durante 1 ou 28 dias. Foram confeccionados espécimes cilíndricos medindo 10 mm de diâmetro por 2 mm de espessura de ST e CP com e sem a adição de 20% de  $Bi_2O_3$ . Para a caracterização do material foram utilizados MEV, EDX e DRX. Todos os cimentos produziram silicato de cálcio hidratado e hidróxido de cálcio na sua superfície. Ambos os materiais exibiram uma formação de silicato de cálcio hidratado em forma de favos de mel em todos os meios de condicionamento com valores maiores para o ST. Os cimentos colocados em meio de HBSS apresentaram uma camada de fosfato de cálcio na sua superfície, camada esta que se apresentou mais espessa no grupo de 28 dias. Os autores concluíram que o ST cimento é mais bioativo do que o CP.

Farzadi et al., em 2013, avaliaram a estrutura da hidroxiapatita dopada com Mg. Foram utilizados os testes de MEV, EDX, DRX e MET. Os resultados mostraram que o Mg interfere na formação cristalina e age como agente de inibição de crescimento de cristais, além de modificar a morfologia do precipitado cristalino, porém sem interferir significativamente no tamanho do cristal mas exibe uma forma mais alongada. Os autores concluíram que o Mg interfere na forma e na precipitação cristalina da hidroxiapatita.

Han et al., em 2013, compararam a bioatividade *in vitro* do MTA ProRoot® Branco (WMTA), Endosequence BC Sealer (BC) e o Biodentine™. Foram utilizadas 20 discos de dentina por grupo, preenchidos com os materiais e imersos em PBS durante 1, 7, 30 ou 90 dias. Foram avaliados por MEV e espectroscopia de comprimento de onda dispersivo (WDS). Os resultados mostraram que todos os grupos produziram um precipitado com cristais aciculares ou em forma de espículas em sua superfície. No grupo BC foram predominantemente cristais aciculares e em forma de espículas nos demais grupos. Todos os grupos apresentaram uma camada



entre os túbulos dentinários e o material, contendo Ca e Si, com maiores concentrações desses elementos nos grupos com Biodentine™ e WMTA em todos os períodos experimentais. A elevada concentração dos elementos Ca e Si na superfície dos materiais indicam a bioatividade do material e em comparação com o Biodentine™ e o WMTA, o BC mostrou uma concentração menor desses elementos e ausência dentro dos túbulos dentinários. Os autores puderam concluir que comparado com o Biodentine™ e o WMTA, o BC libera menos ions Ca e Si em contato com a dentina humana.

Esperando demonstrar a vantagem da utilização do ST como substituto do clinker de CP nos cimentos hidráulicos, Camilleri et al., em 2013a, avaliaram a hidratação do MTA Angelus®, Biodentine™ e ST com 20% de ZrO<sub>2</sub>. Foram utilizados ST puro, o mesmo acrescido com 20% de ZrO<sub>2</sub>, Biodentine™ e MTA Angelus®. Os pós dos cimentos foram incluídos em blocos de resina e avaliados em MEV e XRF. Todos os materiais mostraram picos de oxigênio, silício e cálcio e não continham Na e K. O Biodentine™ inclui o CaCO<sub>3</sub>, que resultou em um material com propriedades químicas melhoradas em relação ao ST. Por outro lado, o MTA testado, apresentou a presença de cálcio, óxidos de alumínio e silício não-hidratados que são matérias-primas que indicam que o clínquer de MTA foi incompletamente hidratado, causando uma reação mais lenta e de estrutura porosa. Para avaliar a bioatividade os cimentos foram avaliados depois de 1 e 28 dias imersos em HBSS gelatinoso por MEV, EDS e DRX. A topografia da superfície dos diferentes cimentos embebido em HBSS demonstrou que todos os materiais exibiram uma aparência de favos de mel, significando a presença de silicato de cálcio hidratado. Todos os materiais apresentaram bioatividade, contendo cristais de HA em sua superfície. Os autores concluíram que os cimentos à base de ST exibiram maior velocidade de reação quando comparado ao MTA Angelus® devido a pureza de seu material principal e que o ZrO<sub>2</sub> usado como radiopacificador não interfere na hidratação do material como o Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> interfere no MTA.

Além de comparar o Biodentine™ com ionômeros de vidro modificados por resina em restaurações tipo sanduíche aberto, Camilleri em 2013b, também avaliou o efeito do condicionamento ácido na microestrutura, microdureza e na infiltração dos materiais. Foram avaliados em MEV, EDX, DRX e FTIR os cimentos Fuji IX®, Vitrebond® e Biodentine™. Para a caracterização do material foram confeccionados discos de 10 mm de diâmetro por 2 mm de espessura com cada material com

superfície condicionada por ácido fosfórico a 37% ou não, depois da presa foram desidratados e embutidos em resina epóxi, cortados com discos diamantados e analisados em MEV e EDX. Para os DRX os cimentos depois de tomar presa foram moídos em gral e pistilo e o pó resultante desse processo foi analisado. Os resultados mostraram que o Biodentine™ apresenta partículas pequenas, ficando evidente a diferença das partículas de  $ZrO_2$  mal distribuídas pelo material. O Biodentine™ condicionado com ácido apresentou uma relação de cálcio e silício menor que o material não condicionado, mostrando haver diferença entre as superfícies que sofreram o condicionamento ácido. Para os ionômeros de vidro o condicionamento ácido diminuiu os picos de alumínio no material e rugosidades na superfície. A autora concluiu que apesar dos resultados mostrarem que os dois materiais apresentaram alterações na sua superfície, no teste de infiltração apenas o Biodentine™ apresentou resultados desfavoráveis, mostrando que a alteração na sua superfície foi significativa e que mais testes precisam ser realizados para avaliar essa alteração na superfície e poder utilizar o Biodentine™ como substituto de dentina em casos de restaurações sanduiche aberto com resina composta.

Camilleri et al., 2014, analisaram a hidratação do Biodentine™, Theracal LC® e o ST com 20% de óxido de zircônio (ST+ $ZrO_2$ ) utilizados como capeador pulpar, durante 14 dias, comparado com a hidratação dos materiais em solução aquosa. Para a caracterização dos materiais foram produzidos 6 corpos-de-prova cilíndricos com 10 mm de diâmetro e 2 mm de altura e embebidos em HBSS, durante 14 dias a 37°C. Dezoito terceiros molares humanos recém-extraídos tiveram a polpa exposta e foram selados com Biodentine™, Theracal LC® ou ST+ $ZrO_2$  e posteriormente restaurados com resina composta. Após 14 dias, os dentes foram seccionados longitudinalmente e avaliados através de MEV e EDX. Picos de hidróxido de cálcio foram encontrados no Biodentine™ e ST+ $ZrO_2$ , porém nenhum no Theracal LC. O ST+ $ZrO_2$  apresentou hidratação mais acelerada *in vitro* quando comparada ao mesmo cimento como capeador. Os autores concluíram que não existe umidade suficiente para permitir a adequada hidratação do Theracal LC® para uso como capeador pulpar.

Camilleri et al., em 2015, caracterizaram os cimentos Bioaggregate® e MTA Angelus® hidratados e não hidratados visando verificar se os aditivos do Bioaggregate® afetam as propriedades do material. Os cimentos não hidratados foram analisados quanto à composição química, superfície, e a hidratação. O material hidratado foi investigado por mineralogia, microestrutura e bioatividade. Foram

utilizados os testes com MEV, EDX, FTIR, DRX e calorimetria isotérmica. O Bioaggregate<sup>®</sup> é composto de ST, óxido de tântalo, fosfato de cálcio e dióxido de silício e isento de alumínio. Na hidratação, o silicato de tricálcico produziu silicato de cálcio hidratado e hidróxido de cálcio com redução da sua concentração com o passar do tempo, fato que não ocorreu com o MTA Angelus<sup>®</sup> uma vez que não continha aditivos como o Bioaggregate<sup>®</sup>, o hidróxido de cálcio estava ainda presente nos períodos mais longos de análise. A bioatividade foi demonstrada por deposição de uma camada de HA na superfície dos materiais. A reatividade do material, determinada por calorimetria isotérmica, foi lenta para o Bioaggregate<sup>®</sup> em comparação com MTA Angelus<sup>®</sup>. O óxido de tântalo, em oposição ao Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> foi inerte, e o tântalo não foi lixiviado em solução. O Bioaggregate<sup>®</sup> exibiu liberação de íons cálcio elevado no início, que foi mantida ao longo do período de 28 dias, em oposição a MTA Angelus<sup>®</sup>, que demonstrou baixa liberação de íons cálcio no início, que aumentou nos períodos mais longos de análise. Os autores concluíram que a composição do Bioaggregate<sup>®</sup> é diferente do MTA Angelus<sup>®</sup>. Diferente do MTA Angelus<sup>®</sup>, o Bioaggregate<sup>®</sup> não continha alumínio e continha aditivos, tais como fosfato de cálcio e dióxido de silício. Como consequência, o Bioaggregate<sup>®</sup> reagiu mais lentamente, e a formação de hidróxido de cálcio e liberação de íons de cálcio, não foi evidente à medida que passava o tempo. Os autores concluíram que os aditivos do Bioaggregate<sup>®</sup> modificaram a cinética e os produtos finais da hidratação do material.

Para avaliar o efeito do Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sobre as propriedades físico-químicas do MTA Angelus<sup>®</sup>, Grazziotin-Soares et al., em 2014, realizaram os testes de MEV, EDX e DRX para caracterização do material, bem como resistência à compressão, microdureza e tempo de presa. Foi utilizado um corpo-de-prova de cada grupo para a caracterização da superfície do material. Os resultados das análises das fotomicrografias mostraram que o Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> está presente somente no MTA Angelus<sup>®</sup>, disposto na superfície do material. As superfícies dos materiais apresentavam cristais aciculares, partículas globulares e microcanais que são característicos do material analisado. Os autores puderam concluir que a ausência do Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> proporciona maior concentração de hidróxido de cálcio na superfície do material comprovando a interação no Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> no processo de hidratação do material.

Elnaghy em 2014, avaliou a microdureza de superfície, resistência à compressão, resistência de adesão, e microestrutura superficial do Biodentine™ e MTA após a exposição a soluções de diferentes pH. Foram utilizados 24 espécimes

em forma de discos para cada grupo que foram expostos a valores de pH de 7,4, 6,4, 5,4, e 4,4, respectivamente, durante 7 dias. A microestrutura de superfícies do Biodentine™ e MTA expostas a um valor de pH de 7,4 mostrou uma estrutura superficial pobremente cristalizada, amorfa e contendo partículas globulares e microcanais. Estas estruturas não se apresentaram novamente quando o cimento foi submetido a um meio ácido. BD exposto a valores de pH 6,4, 5,4 e 4,4 revelou cristais em forma de agulhas, microcanais e cristais cúbicos. As superfícies tornaram-se mais deterioradas com estruturas estratificadas depois da exposição a um valor de 5,4 de pH. As amostras expostas ao valor de pH mais elevado, as áreas interpretadas como poros e microcanais com estruturas estratificadas puderam ser observadas. O autor concluiu que o Biodentine™ parece ser o mais apropriado para utilização, quando será exposto a um ambiente ácido em relação ao MTA.

Kim et al., em 2014, investigaram a natureza da deposição mineral na interface da dentina com MTA ou Biodentine™ em SBF. Foram utilizados 6 discos de 1,5 mm de espessura, cortados a partir do terço médio de dentes unirradiculares, que tiveram o canal instrumentado com Gates-Glidden nº 4 e removida a *smear layer* com EDTA. Os espécimes foram divididos em dois grupos e preenchidos com MTA ou Biodentine™. Os espécimes foram imediatamente imersos em SBF por 28 dias e avaliados por MEV e EDX para avaliar a espessura e a concentração de Ca e P da camada da interface entre a dentina e o material testado. Após a análise em MEV, os espécimes foram cortados na região da interface e avaliados por MET e Difração eletrônica de área (EDA). O grupo MTA apresentou uma interface indistinguível entre o material e a dentina com projeções em forma de *tags* adentrando os tubos dentinários diferentemente do grupo utilizado Biodentine™ que apresentou uma camada menor e sem projeções, entretanto não houve diferença significativa entre os grupos com relação a concentração de Ca e P. Em ambos os grupos foi observado fosfato de cálcio amorfo como constituinte da camada da interface dentina e material. Os autores concluíram que ambos os materiais são bioativos e produzem uma camada mineral na superfície da dentina, porém o MTA mostrou uma camada maior e com *tags* diferente do Biodentine™ sendo esse considerado uma alternativa ao uso do MTA.

Gandolfi et al., em 2014, avaliaram a lixiviação, pH, solubilidade, absorção de água, porosidade, caracterização da superfície, e bioatividade dos cimentos MTA Plus® manipulado com líquido ou gel, ProRoot® MTA, e Dycal®. Discos de cada

cimento foram confeccionados com as dimensões de 8 mm de diâmetro por 1,6 mm de espessura e mantidos em 20ml de HBSS por 1, 7 ou 28 dias e avaliados por MEV e EDX. Os espécimes de MTA Plus® e ProRoot® MTA que não foram expostos ao HBSS apresentaram na sua superfície cálcio, silício e bismuto, sendo este último, diminuído quando expostos ao HBSS. Picos de Na, Mg e P foram observados a partir de 7 dias em HBSS para o MTA plus® e ProRoot® MTA com um considerável aumento dessa camada no grupo de 28 dias, porém com uma diminuição grande nos níveis de Mg. O MTA Plus é um material que representa uma alternativa conveniente para substituir o MTA no uso clínico.

Com o intuito de avaliar substâncias diferentes para hidratação do MTA, Guimarães et al., em 2015, avaliaram a alteração de cor, caracterização da superfície por MEV e EDX, e radiopacidade do MTA manipulado com diferentes veículos, após a imersão no sangue ou água destilada. O MTA foi manipulado com água destilada pura ou 80% de água destilada e 20% de propilenoglicol (PG) e imersos em água destilada ou sangue. Foram fabricados 10 discos de 10 mm de diâmetro por 1 mm de espessura, processados e avaliados depois de 7, 15 e 30 dias da imersão. A MEV demonstrou mudanças na microestrutura, sendo mais evidentes em amostras imersas no sangue. Alterações morfológicas foram observadas em todas as superfícies após imersão em ambas as substâncias. Partículas aciculares de bismuto intercaladas com as partículas de cimento puderam ser observadas independente dos veículos. O MTA manipulado com ambos os veículos revelou uma superfície de cimento bruto antes da imersão e elementos químicos semelhantes independentemente dos veículos usados. Depois de 30 dias de imersão em água ou sangue, as superfícies externas foram mais regulares e com uma redução de partículas de bismuto com ambos os veículos. Os autores concluíram que embora a alteração de cor do MTA tem sido associada com o  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ , a oxidação da hemoglobina pode exacerbar esta alteração.

Xuereb et al., em 2015, desenvolveram, caracterizaram e avaliaram as propriedades do ST com diferentes radiopacificadores. Foram utilizados zirconato de bário, zirconato de cálcio e zirconato de estrôncio misturados ao pó de ST e sinterizados junto com o material. O MTA Angelus® foi utilizado como grupo controle. Foram confeccionados espécimes cilíndricos de 10 mm de diâmetro por 2 mm de altura, imersos em HBSS a 37 °C por 28 dias e posteriormente avaliados em MEV, EDX e DRX. Todos os cimentos testados apresentaram regiões de cimento hidratado em torno de uma partícula não hidratada. Foram observados pouca ou nenhuma

porosidade na superfície dos materiais. As partículas do zirconato de bário e de estrôncio são menores que as partículas de zirconato de cálcio. Não houve diferença entre os cimentos onde foi misturado o radiopacificador ou foi sinterizado junto com o ST com ressalva apenas para uma diferença na distribuição das partículas. Os autores concluíram que tanto o ST com radiopacificadores misturados quanto sinterizados podem ser utilizados como materiais retro-obturadores por exibir propriedades semelhantes ao MTA Angelus®.

### 2.2.2 Microdureza superficial

Grech et al., em 2013, avaliaram as propriedades físicas de um cimento experimental de ST acrescido de 20% de ZrO<sub>2</sub>, Bioaggregate®, Biodentine™ e Material Restaurador Intermediário como grupo controle. Foram avaliados radiopacidade, resistência à lavagem, absorção de fluido, solubilidade, tempo de presa, resistência à compressão e microdureza. Os materiais foram manipulados e compactados em discos medindo 2 mm de altura por 10 mm de diâmetro e condicionados em gel de HBSS encubados a 37°C, por 28 dias. O ST+ZrO<sub>2</sub>, Bioaggregate® e IRM tiveram valores semelhantes de resistência à compressão e microdureza, porém o Biodentine™ obteve valores maiores em relação aos demais materiais testados. A resistência aumentada é atribuída à baixa relação pó/água utilizado no Biodentine™ devido ao polímero solúvel em água adicionado ao líquido. Os autores concluíram que a adição de radiopacificadores ao ST interfere nas propriedades físicas dos materiais quando comparado ao cimento comercial.

Além de comparar o Biodentine™ com ionômeros de vidro modificados por resina em restaurações tipo sanduíche aberto, Camilleri em 2013b, também avaliou o efeito do condicionamento ácido na microestrutura, microdureza e na infiltração dos materiais. Foram avaliados em MEV, EDX, DRX e FTIR os cimentos Fuji IX®, Vitrebond® e Biodentine™. Para o teste de microdureza foram confeccionados discos de 10 mm de diâmetro por 2 mm de espessura e os materiais tiveram a superfície condicionada por ácido fosfórico a 37% ou não, e levados a um microdurômetro para a realização do teste. Os resultados mostraram não haver diferença significativa entre as superfícies que sofreram o condicionamento ácido com a superfícies não

condicionadas, entretanto as superfícies condicionadas dos cimentos Biodentine™ e Fuji IX® apresentaram um desvio-padrão muito alto, diferentemente dos casos sem o condicionamento. O Biodentine™ apresentou microdureza maior que os CIV. Os autores puderam concluir que mesmo que o Biodentine™ apresente alterações estruturais e químicas quando condicionados com ácido fosfórico a 37% a microdureza dos materiais não é afetada por ataque ácido.

Caronna, et al., em 2014, avaliaram a microdureza do MTA, Endosequence® e Biodentine™ utilizando um modelo experimental de apificação. Os materiais foram manipulados de acordo com as especificações dos fabricantes e um incremento de 4 mm de cada material foi inserido em um espaço de canal simulado, que consistia em tubos de polietileno simulando um canal com ápice aberto. Na simulação seca foi utilizado guta-percha diretamente nos materiais testados e amálgama como vedação do segmento coronal. Na simulação úmida tinha uma bolinha de algodão úmido acima dos materiais com CIV como selador do segmento coronal. No caso úmido não foi testado o Biodentine™. Após 10 dias de armazenamento em 100% de umidade a 37°C, as amostras foram seccionadas e a microdureza tipo Vickers foi realizada de forma independente a 2 mm e 4 mm a partir da extremidade apical. Os resultados mostraram nenhuma diferença entre as condições de umidade. Endosequence® e Biodentine™ não obtiveram diferença significativa na microdureza, mas o MTA apresentou valores significativamente maiores. Os autores concluíram que o ambiente úmido ou seco permite a presa dos materiais permitindo assim, ambos os métodos para os procedimentos de tratamento clínico.

Dawood et al., em 2014, avaliaram algumas propriedades físicas e a liberação de íons de fosfopeptídeo de caseína - fosfato de cálcio amorfo (CPP-ACP) quando incorporados de um MTA experimental, MTA angelus® e Biodentine™. Foram realizados testes de tempo de presa, solubilidade, resistência à compressão e microdureza Vickers dos três Cimentos incorporados com 0%, 0,5%, 1,0%, 2,0% e 3,0%, em peso, de CPP-ACP. Dez cilindros por grupo, medindo 4 mm de diâmetro por 8 mm de espessura foram confeccionados e condicionados a 37 °C em ambiente com 100% de umidade. Os corpos-de-prova foram polidos e avaliados em microdurômetro, com cinco indentações por espécime com 200 g por 10 s. O Biodentine™ apresentou melhores resultados de microdureza em relação aos outros 2 cimentos testados e a incorporação de CPP-ACP diminuiu a microdureza dos cimentos na concentração a partir de 1%. Os autores concluíram que a adição de CPP-ACP nos cimentos testados

interfere nas suas propriedades mecânicas em concentrações maiores de 1% de peso do cimento.

Para avaliar o efeito do  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  sobre as propriedades físico-químicas do MTA Angelus®, Grazziotin-Soares et al., em 2014, realizaram os testes de MEV, EDX e DRX para caracterização do material, bem como resistência à compressão, microdureza e tempo de presa. Foram confeccionados vinte corpos-de-prova de MTA e MTA sem  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  com dimensões de 5 mm de diâmetro e 1,5 mm de espessura e mantidos a 37 °C e ambiente úmido por 7 dias. Os espécimes foram polidos e avaliados em microdurômetro, com cinco indentações por espécime com 1 kg por 30 s. Os resultados mostraram que o  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  diminui a microdureza do MTA Angelus® de maneira significativa o que justifica a necessidade de pesquisar novos agentes radiopacificadores.

Elnaghy, em 2014, avaliaram a microdureza de superfície, resistência à compressão, resistência de adesão, e microestrutura superficial do Biodentine™ e MTA após a exposição a soluções de diferentes pH. Foram utilizados 120 espécimes medindo 5 mm de diâmetro por 1,5 mm de espessura, totalizando 15 para cada grupo que foram expostos a valores de pH de 7,4, 6,4, 5,4, e 4,4, respectivamente, durante 7 dias a 37°C. Os espécimes foram avaliados em um microdurômetro pelo método Vickers, e os resultados analisados estatisticamente. O maior valor de microdureza por apresentado pelo Biodentine™ com 58,9 em pH 7,4 e para ambos os materiais os valores de microdureza diminuía conforme diminuía o valor do pH. O autor concluiu que o Biodentine™ parece ser mais apropriado para utilização quando será exposto a um ambiente ácido em relação ao MTA.

Saghiri et al., em 2015 avaliaram o tamanho das partículas do  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  nas propriedades físicas (microdureza e resistência a compressão) e radiopacidade do ST. Foram preparados 6 tipos de cimento: ST puro, ST acrescido de 10%  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ , ST com 20%  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ , simulando o MTA branco e servindo como grupo controle, ST com 10% e 20% de  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  nanométrico e MTA de partículas nanométricas (MTAnano). Os resultados mostraram que o  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  tem impacto sobre as propriedades físicas testadas. A adição de partículas de tamanho regular de  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  diminuiu, ao passo que as nano-partículas reforçaram as propriedades físicas do cimento testado. A porcentagem ótima de  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  nanométrico foi de, no mínimo, 20% para conseguir um material com melhores propriedades físicas e radiopacidade aceitável. O radiopacificador nanoparticulado diminui os poros do cimento, explicando assim o



aumento da microdureza. O MTA nano produziu um cimento mais homogêneo, com excepcional características físicas. Os autores concluíram que o  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  com partículas nanométricas pode ser acrescentado ao ST com benefícios mecânicos sem comprometer sua função principal de conferir radiopacidade ao material.

Kaup, et al., em 2015, compararam as propriedades físicas dos cimentos MTA e Biodentine™. Foram realizados testes de solubilidade, microdureza, radiopacidade e tempo de presa. Os materiais foram manipulados e colocados em moldes de 10 mm de comprimento, 5 mm de largura e 5 mm de altura, e condicionados a 37 °C e ambiente úmido de modo que obtivessem no final 10 corpos-de-prova por grupo. Os espécimes foram polidos e avaliados em microdurômetro, com cinco indentações por espécime com 100 g por 30 s. A microdureza para o Biodentine™ foi em média 62,35, aproximadamente 2,5x maior em relação ao MTA com uma média de 26,93. As diferenças entre Biodentine™ e ProRoot® MTA foram altamente significativas mostrando que o Biodentine™ foi significativamente mais resistente que o MTA.

### 2.2.3 Radiopacidade

Duarte et al., em 2009, avaliaram a radiopacidade do CP associado com radiopacificadores. Foram utilizados 20%, em peso, de  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ ,  $\text{ZrO}_2$ ,  $\text{BaSO}_4$ , iodofórmio ( $\text{CHI}_3$ ), dióxido de zinco ( $\text{ZnO}$ ), óxido de chumbo ( $\text{PbO}$ ), subnitrato de bismuto ( $\text{Bi}_5\text{O}(\text{OH})_9(\text{NO}_3)_4$ ), carbonato de bismuto ( $\text{Bi}_2\text{O}_2(\text{CO}_3)$ ) e tungstato de cálcio ( $\text{CaWO}_4$ ). O CP puro e dentina serviram como grupos controle. Os espécimes foram colocados sobre filmes oclusais, juntamente com uma escala de alumínio graduada variando de 2 a 16 mm de espessura e radiografados padronizadamente. Depois de processados, os filmes foram digitalizados e as densidades analisadas estatisticamente. A radiopacidade do CP puro foi significativamente menor que a de dentina, enquanto que todos os cimentos testados foram significativamente mais radiopacos que os grupos controle. CP com  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  e CP com  $\text{PbO}$  apresentaram os maiores valores de radiopacidade e diferiu significativamente dos outros materiais, enquanto que o CP com  $\text{ZnO}$  apresentou os menores valores de radiopacidade. Os autores concluíram que todas as substâncias testadas podem ser adicionadas ao CP

como radiopacificadores, porém a possível interferência desses aditivos na biocompatibilidade e propriedades físicas do CP deve ser investigada posteriormente. Ao avaliar também a radiopacidade do CP associado ao  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ ,  $\text{BaSO}_4$ ,  $\text{ZrO}_2$  e  $\text{CHI}_3$  como radiopacificadores, Bortoluzzi et al., em 2009, confeccionaram 5 discos, por grupo, de CP acrescidos de 20% dos radiopacificadores supracitados, medindo 10 mm de diâmetro por 1 mm de espessura e como grupos controle, foram utilizados MTA branco e CP sem radiopacificador. Os espécimes foram colocados sobre filmes oclusais, juntamente com uma escala de alumínio com intervalos de 2 mm e radiografados padronizadamente. Depois de processados, os filmes foram digitalizados e as densidades analisadas estatisticamente. Os resultados mostraram diferenças significativas entre todos os grupos com exceção do grupo CP com  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  e o MTA que apresentaram dados maiores em relação aos demais, seguidos do CP com  $\text{ZrO}_2$ , CP com  $\text{CHI}_3$  e com menor radiopacidade o CP com  $\text{BaSO}_4$  que apresentou radiopacidade menor que 3 mm de alumínio (mmAl). Dentre os radiopacificadores testados pelos autores como novas alternativas para PC e, conseqüentemente, para MTA o  $\text{ZrO}_2$  parece ser a melhor alternativa e propõem estudos avaliando as propriedades físico-químicas dos cimentos com os agentes radiopacificadores.

Ao estudar a interferência do agente radiopacificador nas propriedades do ST e do CP, Formosa *et al.*, em 2012a testaram resistência a compressão do ST e do CP puros e acrescidos de 20% de  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  em diferentes ambientes. Os cimentos foram manipulados com água e mantidos por 1 dia ou 28 dias em atmosfera de 100% de umidade, imersos em água destilada ou HBSS a 37°C. Os cimentos com  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  tiveram radiopacidade compatível com 8 mmAl, significativamente maior do que os materiais puros, que obtiveram radiopacidade menor que 3 mm, sob todas as condições ambientais e tempos testados. Na condição de 100% de umidade, e analisado após 1 dia, o CP acrescido de radiopacificador obteve resultados significativamente menores em relação ao cimento de ST com radiopacificador. Os autores concluíram que é imprescindível o acréscimo de um radiopacificador no ST para que esse cimento possa ser usado como um possível substituto do MTA.

Grech et al., em 2013, avaliaram as propriedades físicas de um cimento experimental de ST acrescido de 20% de  $\text{ZrO}_2$ , Bioaggregate<sup>®</sup>, Biodentine<sup>™</sup> e IRM como grupo controle. Os materiais foram imersos em HBSS, permanecendo por 1 ou 28 dias encubados a 37°C. Foram avaliados radiopacidade, resistência à lavagem, absorção do fluido, solubilidade, tempo de presa, resistência à compressão e

microdureza. Todos os materiais apresentaram radiopacidade maior do que 3 mmAl, recomendado pela ISO 6786, e o IRM apresentou a maior radiopacidade com 9,6 mmAl. Todos os cimentos apresentaram radiopacidade menor depois de 28 dias mas sem diferença significativa. Os resultados encontrados demonstraram que o uso de aditivos ao cimento afeta suas propriedades físicas.

Marciano et al., em 2013, analisaram se o aumento da radiopacidade fornecida por Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> está relacionada com a alteração de cor do CP. CP Branco foi misturado com 0%, 15%, 20%, 30% e 50% de Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, em peso e o MTA foi utilizado como grupo controle. O teste de radiopacidade foram realizados três anéis metálicos por grupo, com dimensões de 10 mm de diâmetro por 1 mm de espessura preenchidos com os cimentos testados e mantidos a 37°C. Os espécimes e uma escala de alumínio com intervalos de 2 mm de espessura foram colocadas sobre filmes oclusais e radiografados padronizadamente. Os cimentos em que o Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> foi adicionado a radiopacidade mostrou-se maior que 3 mmAl. O grupo MTA foi estatisticamente similar ao CP com 30%. Em conclusão, o aumento da radiopacidade fornecida por Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> não tem relação com a alteração de cor do CP.

Ahmetoğlu, et al., em 2013, avaliaram a radiopacidade dos cimentos Bioaggregate<sup>®</sup>, MM-MTA<sup>®</sup> e Biodentine<sup>™</sup> por meio de radiografia digital. Cinco amostras circulares de 5 mm de diâmetro por 1 mm de altura foram preparadas para cada material testado. Os espécimes foram colocados sobre placas de fósforo, juntamente com uma escala de alumínio graduada variando de 1 a 12 mm de espessura e radiografados padronizadamente. As imagens digitais foram transferidas para o computador e utilizando um software as densidades dos espécimes radiográficos foram determinadas, e os valores foram convertidos em mmAl. Os resultados mostraram que o MM-MTA<sup>®</sup> foi o material mais radiopaco, seguido por Bioaggregate<sup>®</sup> e Biodentine<sup>™</sup> que não apresentaram diferença estatística entre eles. Apesar da diferença, todos os materiais apresentaram valores radiográficos acima do mínimo recomendados podendo-se concluir que estes materiais são adequados para utilização endodontia em termos de radiopacidade.

Tanalp et al., em 2013, avaliaram a radiopacidade dos cimentos Biodentine<sup>™</sup>, MM-MTA<sup>®</sup> e MTA Angelus<sup>®</sup>. Dez discos de 10 mm de diâmetro por 1 mm de altura foram preparados para cada material testado e um disco de dentina foi utilizado como controle. Os espécimes foram colocados sobre placas de fósforo, juntamente com uma escala de alumínio com graduação de 1 mm de espessura e radiografados

padronizadamente. As imagens digitais foram transferidas para o computador e utilizando um software as densidades dos espécimes radiográficos foram determinadas, e os valores foram convertidos em mmAl. As radiopacidades dos cimentos Biodentine™, MTA Angelus®, e MM-MTA® foram de 2,8, 4,72 e 5,18 mmAl, respectivamente, sendo maiores que o grupo controle. A radiopacidade de Biodentine™ foi significativamente menor em comparação com outros materiais e nenhuma diferença significativa foi observada entre MTA Angelus® e MM-MTA®. Os autores concluíram que a radiopacidade do Biodentine™ deve ser melhorado para alcançar resultados mais confiáveis em procedimentos como obturações retrógradas.

Cavenago et al., em 2013, avaliaram a influência da relação entre pó e água na radiopacidade, tempo de tempo, pH, liberação de cálcio e solubilidade do MTA. Os cimentos foram manipulados nas proporções 4:1, 3:1, e 2:1. Para o teste de radiopacidade, nove anéis metálicos sendo 3 por grupo, de 10 mm de diâmetro por 1 mm de espessura que foram preenchidos com os cimentos e mantidos a 37 °C. Um disco de dentina de 1 mm de espessura foi utilizado como controle, e uma escala de alumínio com intervalos de 2 mm de espessura foram colocadas sobre filmes oclusais e radiografados padronizadamente. Depois de processados, os filmes foram digitalizados e os dados de densidade analisados estatisticamente. Os valores mais elevados de radiopacidade foram observados conforme diminuiu o volume de água. Os autores atribuem essa diferença a uma possível dissociação de Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e concluíram que a relação entre e água interfere nas propriedades do MTA.

Esperando demonstrar a vantagem da utilização do ST como substituto do clinker de CP nos cimentos hidráulicos, Camilleri et al., em 2013a, avaliaram a hidratação do MTA Angelus®, Biodentine™ e ST com 20% de ZrO<sub>2</sub>. Foram utilizados ST puro, o mesmo com 20% de ZrO<sub>2</sub>, Biodentine™ e MTA Angelus®. Para o teste de radiopacidade foram confeccionados 3 espécimes para cada grupo medindo 10 mm de diâmetro por 1 mm de espessura. Os espécimes foram radiografados 1 dia e 28 dias depois de manipulados e condicionados em HBSS a 37°C. Foram utilizadas placas de fósforo e uma escala de alumínio com intervalos de 3 mm de espessura de alumínio em condições padronizadas. Por meio de um software a densidade dos espécimes e da escala foram mensurados e processados matematicamente de modo que a radiopacidade de cada espécime fosse determinada em mmAl. A radiopacidade entre 1 dia e 28 dias diminuiu, porém não apresentou diferença significativa. Dentre os cimentos com radiopacificadores, o Biodentine™ teve a menor radiopacidade e

mesmo o ST puro apresentou alguns valores superiores a 3 mm de espessura de alumínio sugerido pela ISO 6876/2001. Os autores concluíram que os cimentos à base de ST exibiram maior velocidade de reação quando comparado ao MTA Angelus® devido a pureza de seu material principal e que o  $ZrO_2$  usado como radiopacificador não interfere na hidratação do material como o  $Bi_2O_3$  interfere no MTA.

Saghiri et al., em 2015, avaliaram o tamanho das partículas do  $Bi_2O_3$  nas propriedades físicas e radiopacidade do ST. Foram preparados 6 tipos de cimento: ST puro, ST acrescido de 10%  $Bi_2O_3$ , ST com 20%  $Bi_2O_3$ , simulando o MTA branco e servindo como grupo controle, ST com 10% e 20% de  $Bi_2O_3$  nanométrico e MTA de partículas nanométricas (MTAnano). Um corpos-de-prova de cada grupo foi radiografado em filme oclusal com uma escala de alumínio com intervalos de 1 mm de espessura. Por meio de um software a densidade dos espécimes e da escala foram mensurados e processados matematicamente de modo que a radiopacidade de cada espécime fosse determinada em mmAl. A radiopacidade do ST puro foi o menor valor e ST com 20% de  $Bi_2O_3$  com tamanho regular e MTAnano apresentou o maior valor de radiopacidade entre todos os grupos. Apesar do ST com 10% de  $Bi_2O_3$  nanométrico apresentar baixos níveis de densidade radiográfica, ainda assim foi maior que 3 mmAl. O MTA nano produziu um cimento mais homogêneo, com excepcional características físicas.

Com o intuito de avaliar substâncias diferentes para hidratação do MTA, Guimarães et al., em 2015, avaliaram a alteração de cor, caracterização da superfície por MEV e EDX, e radiopacidade do MTA manipulado com diferentes veículos, após a imersão no sangue ou água destilada. O MTA foi manipulado com água destilada pura ou 80% de água destilada e 20% de PG e imersos em água destilada ou sangue. Seis espécimes de cada grupo foram confeccionados com 10 mm de diâmetro por 1 mm de espessura e após 7, 15 e 30 dias foram radiografados juntamente com uma escala de alumínio com intervalos de 2 mm de espessura com filmes oclusais padronizadamente. Todos os grupos apresentaram uma diminuição na radiopacidade ao longo do tempo com diferenças estatísticas após 30 dias para grupos MTA com água imersos em sangue e MTA com 80% de água e 20% PG independente do meio. A menor radiopacidade estatisticamente significativa foi observada após 7 dias dos cimentos imersos no sangue em comparação aos imersos na água. Os autores concluíram que os valores mais baixos de radiopacidade observados podem estar relacionados com a dissociação mais elevada do  $Bi_2O_3$ .

Kaup, et al., em 2015, compararam as propriedades físicas dos cimentos MTA e Biodentine™. Foram realizados testes de solubilidade, microdureza, radiopacidade e tempo de presa. Para comparar a radiopacidade os dois cimentos foram manipulados de acordo com o fabricante e condensados em anéis de metal para obter 10 discos por grupo com dimensões de 10 mm por 1 mm de espessura. Os espécimes foram radiografados juntamente com uma escala de alumínio com intervalos de 1 mm a 9 mm de espessura padronizadamente. Depois de processados automaticamente, as densidades foram medidas com um densitômetro e analisadas estatisticamente. Os resultados mostraram que o MTA com aproximadamente 6,40 mmAl foi significativamente mais radiopaco que o Biodentine™ com aproximadamente 1,50 mmAl. Os autores concluíram que a radiopacidade do Biodentine™ é menor que do MTA, além de estar abaixo do limite de 3 mm determinado pela ISO 6876/2001.

Xuereb et al., em 2015, desenvolveram, caracterizaram e avaliaram as propriedades do ST com diferentes radiopacificadores. Foram utilizados zirconato de bário, zirconato de cálcio e zirconato de estrôncio misturados ao pó de ST e sinterizados junto com o material. O MTA Angelus® foi utilizado como grupo controle. Foram confeccionados espécimes cilíndricos de 10 mm de diâmetro por 1 mm de espessura para cada grupo, imersos em HBSS a 37 °C por 28 dias e posteriormente radiografados padronizadamente em placa de fósforo juntamente com uma escala de alumínio com intervalos de espessura de alumínio de 3 mm. Por meio de um software a densidade dos espécimes e da escala foram mensurados e processados matematicamente de modo que a radiopacidade de cada espécime fosse determinada em mmAl. Todos os grupos apresentaram radiopacidade acima de 3 mm da escala de alumínio com exceção do grupo com zirconato de cálcio sinterizado com 2,9 mm de alumínio. O grupo de zirconato de bário misturado ao ST obteve o maior valor para radiopacidade com 5,7 mm. Os autores concluíram que tanto o ST com radiopacificadores misturados quanto sinterizados podem ser utilizados como materiais retro-obturadores por exibir propriedades semelhantes ao MTA Angelus®.

#### 2.2.4 Resistencia à compressão

Huan e Chang, em 2008a, avaliaram os efeitos do  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  nas propriedades do ST, evidenciando a possibilidade de utilizá-lo como material de preenchimento ósseo. Foram realizados testes de tempo de presa, injetabilidade, resistência a compressão, caracterização de superfície, solubilidade e bioatividade *in vitro*. Para o experimento foram utilizados 10, 15, 20 e 25% de solução de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  e água para o grupo controle, misturados ao pó de ST. Após a mistura, o cimento foi levado aos moldes de aço inoxidável com 6 mm de diâmetro e 10 mm de altura. Para o teste de resistência a compressão, foi utilizada uma máquina universal de ensaios nos tempos experimentais de 7, 14 e 21 dias. Seis repetições foram realizadas para cada grupo e os resultados mostraram um aumento significativo na resistência do material após 7 dias em todos os grupos, com o grupo de 15% atingindo o maior valor para a resistência. Os autores concluíram que a adição da solução de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  ao ST aumenta a resistência do material e que a concentração com melhores resultados foi de 15% de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  sem afetar a sua bioatividade, demonstrando que o material pode ser utilizado como preenchimento ósseo.

Em um estudo semelhante ao anterior, Huan e Chang, em 2008b, também avaliaram as propriedades do ST, porém com  $\text{CaCO}_3$ . Foram realizados testes de tempo de presa, injetabilidade, resistência a compressão, caracterização de superfície, solubilidade e bioatividade *in vitro*. Os cimentos foram preparados com a percentagem de  $\text{CaCO}_3$  de 0%, 10%, 20%, 30%, e 40% do peso final do cimento. Os cimentos foram manipulados com água deionizada e as misturas foram levadas a moldes de aço inoxidável com diâmetro de 6 mm por 10 mm de espessura e mantidos a 37 °C em ambiente úmido por 2, 7, 10, 14, 21 e 28 dias. Os espécimes foram polidos e avaliados em máquina universal de ensaio. Os resultados mostraram que todas as amostras aumentaram gradualmente com o decorrer do tempo e em cada período experimental a resistência à compressão do cimento aumentou de acordo com o aumento da proporção  $\text{CaCO}_3$ , atingido o valor máximo em 30% e diminuiu drasticamente com a adição de  $\text{CaCO}_3$  a 40%. Os autores concluíram que a adição em até 30% melhora a resistência mecânica do cimento.

Wang et al., em 2008, avaliaram o efeito de  $\text{CaCl}_2$  sobre o tempo de presa, pH, resistência a compressão, caracterização de superfície e bioatividade do ST. Seis

corpos-de-prova foram confeccionados com através da mistura de ST com 0%, 5%, 10% e 15% de  $\text{CaCl}_2$  com água deionizada e colocados em moldes metálicos com diâmetro de 6 mm por 10 mm de espessura e condicionados a 37 °C em ambiente úmido por diferentes tempos experimentais. Os espécimes foram polidos e avaliados em maquina universal de ensaio. Os resultados mostraram que conforme aumenta a quantidade de  $\text{CaCl}_2$  também aumentava a resistência a compressão dos cimentos com exceção do grupo com acrescido de 15% que apresentou uma queda em relação ao grupo com 10% que obteve os maiores resultados. Os autores concluíram que a adição de  $\text{CaCl}_2$  acelera o tempo de presa e melhora as demais propriedades testadas quando utilizado na proporção de 10%.

Chen et al., em 2009, testaram algumas propriedades físico-químicas do cimento de silicato de cálcio. Cinco tipos de cimento foram produzidos pelo método sol-gel, com diferentes proporções de óxido de silício ( $\text{SiO}_2$ ) e óxido de cálcio ( $\text{CaO}$ ) (7:3/ 6:4/ 5:5/ 4:6 e 3:7). O pó foi misturado a água destilada numa proporção de 0,5 g/ml e inserido em moldes cilíndricos 6 mm de altura e 12 mm de altura, incubados em 100% de umidade relativa a 37 °C. Os melhores valores de resistência à compressão foram encontrados nos cimentos com proporção de 5:5 e 4:6. Os autores concluíram que entre os cinco cimentos estudados, as proporções de 4:6 e 3:7 apresentaram tempos de presa encurtados com melhores dados de resistência mecânica, sendo mais indicados para os tratamentos endodônticos.

Ao estudar a interferência do agente radiopacificador nas propriedades do ST e do CP, Formosa et al., em 2012a, testaram resistência a compressão do ST e do CP puros e acrescidos de 20% de  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  em diferentes ambientes. Os cimentos foram manipulados com água e mantidos por 28 dias em atmosfera de 100% de umidade, imersos em água destilada ou HBSS a 37°C. O ST não apresentou diferença significativa quando comparados os meios. A adição de  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  diminuiu a resistência dos cimentos em ambiente de 100% de umidade, porém em HBSS o ST foi significativamente menor que o CP. O CP teve a maior força de resistência quando colocado em HBSS obtendo o maior valor de resistência à compressão entre os cimentos e meios. Os autores concluíram que como todos os materiais, exceto o ST puro, apresentaram resistência à compressão menor que 40 MPa quando mantidos em meio de 100% de umidade mostrando a importância de manter o material úmido depois de ser aplicada clinicamente e a adição de  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  reduz a resistência à compressão dos cimentos testados.



Grech et al., em 2013, avaliaram as propriedades físicas de um cimento experimental de ST acrescido de 20% de ZrO<sub>2</sub>, Bioaggregate<sup>®</sup>, Biodentine<sup>™</sup> e IRM como grupo controle. Foram avaliados radiopacidade, resistência à lavagem, absorção do fluido, solubilidade, tempo de presa, resistência à compressão e microdureza. Os materiais foram manipulados e compactados em moldes cilíndricos medindo 6 mm de altura por 4 mm de diâmetro e condicionados em gel de HBSS encubados a 37°C, por 28 dias. O ST+ZrO<sub>2</sub>, Bioaggregate<sup>®</sup> e IRM tiveram valores semelhantes de resistência à compressão e microdureza, porém o Biodentine<sup>™</sup> obteve valores maior em relação aos demais materiais testados. A resistência aumentada é atribuída à baixa relação água/cimento utilizado no Biodentine<sup>™</sup> devido ao polímero solúvel em água é adicionado ao líquido. Os autores concluíram que a adição de radiopacificador ao ST interfere nas propriedades físicas dos materiais quando comparado ao cimento comercial.

Dawood et al., em 2014, avaliaram algumas propriedades físicas e a liberação de íons de CPP-ACP quando incorporados de um MTA experimental, MTA angelus<sup>®</sup> e Biodentine<sup>™</sup>. Foram realizados testes de tempo de presa, solubilidade, resistência à compressão e microdureza Vickers dos três cimentos incorporados com 0%, 0,5%, 1,0%, 2,0% e 3,0%, em peso, de CPP-ACP. Para o teste de resistência a compressão, foi utilizado uma máquina universal de ensaios. Cilindros de 4 mm de diâmetro por 6 mm de espessura foram confeccionados e condicionados a 37 °C em ambiente com 100% de umidade. O Biodentine<sup>™</sup> apresentou melhor resistência a compressão em relação aos outros cimentos, enquanto que a adição de CPP-ACP interferiu na resistência dos cimentos a partir da concentração de 1% em peso. Os autores concluíram com os resultados obtidos que o CPP-ACP interfere negativamente nas propriedades mecânicas dos cimentos testados.

Para avaliar o efeito do Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sobre as propriedades físico-químicas do MTA Angelus<sup>®</sup>, Grazziotin-Soares et al., em 2014, realizaram os testes de MEV, EDX e DRX para caracterização do material, bem como resistência à compressão, microdureza e tempo de presa. Foram confeccionados 20 corpos-de-prova de MTA e MTA sem Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> com dimensões de 4 mm de diâmetro e 6 mm de espessura e mantidos a 37 °C e ambiente úmido por 7 dias. Os espécimes foram polidos e avaliados em máquina universal de ensaio. Os resultados mostraram que o Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> não alterou significativamente a resistência a compressão do MTA Angelus<sup>®</sup>. Os autores inferiram que o motivo de não alterar essa propriedade do material pode ser explicado

pelas estruturas cristalinas, com etringita e aluminato, semelhantes em ambos os cimentos.

Elnaghy, em 2014, avaliaram a microdureza de superfície, resistência à compressão, resistência de adesão, e microestrutura superficial do Biodentine™ e MTA após a exposição a soluções de diferentes pH. Foram utilizados 120 espécimes medindo 6 mm de diâmetro por 6 mm de altura, totalizando 15 para cada grupo que foram expostos a valores de pH de 7,4, 6,4, 5,4, e 4,4, respectivamente, durante 7 dias a 37°C. Os espécimes foram avaliados em uma máquina universal de ensaios, e os resultados analisados estatisticamente. O maior valor de resistência a compressão foi apresentado pelo BD com 95.2 Mpa em pH 7,4 e para ambos os materiais os valores de microdureza diminuíam conforme diminuía o valor do pH. O autor concluiu que o Biodentine™ parece ser mais apropriado para utilização quando será exposto a um ambiente ácido em relação ao MTA.

Saghiri et al., em 2015 avaliaram o tamanho das partículas do Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> microdureza, resistência a compressão e radiopacidade do ST. Foram preparados 6 tipos de cimento: ST puro, ST acrescido de 10% Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, ST com 20% Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, simulando o MTA branco e servindo como grupo controle, ST com 10% e 20% de Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanométrico e MTA de partículas nanométricas (MTAnano). Os resultados mostraram que o Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> tem impacto sobre as propriedades físicas testadas. A adição de partículas de tamanho regular de Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> diminuiu, ao passo que as nano-partículas reforçaram as propriedades físicas do cimento testado. A porcentagem ótima de Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> tamanho nano foi de pelo menos 20% para conseguir um material com melhores propriedades físicas e radiopacidade aceitável. O MTA nano produziu um cimento mais homogêneo, com excepcionais características físicas. Os autores concluíram que o Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> com partículas nanométricas pode ser acrescido ao ST com benefícios mecânicos sem comprometer sua função principal de conferir radiopacidade ao material.

Xuereb et al., em 2015, desenvolveram, caracterizaram e avaliaram as propriedades do ST com diferentes radiopacificadores. Foram utilizados zirconato de bário, zirconato de cálcio e zirconato de estrôncio misturados ao pó de ST e sinterizados junto com o material. O MTA Angelus® foi utilizado como grupo controle. Foram confeccionados 10 espécimes cilíndricos de 4 mm de diâmetro por 6 mm de altura para cada grupo, imersos em HBSS a 37 °C por 28 dias e posteriormente os espécimes foram secados, polidos e avaliados em máquina universal de ensaio. O

maior valor de resistência a compressão foi obtido pelo grupo com zirconato de bário misturado ao ST enquanto o menor foi para o grupo de zirconato de cálcio misturado ao ST. Para os grupos com zirconato de cálcio e de estrôncio não obteve um padrão na diferença de acordo com o método utilizado para acrescentar o radiopacificador ao material mostrando que nem o tipo do radiopacificador nem o método de incorporação ao cimento final interfere na resistência a compressão. Os autores concluíram que tanto o ST com radiopacificadores misturados quanto sinterizados podem ser utilizados como materiais retro-obturadores por exibir propriedades semelhantes ao MTA Angelus®.

### 2.2.5 Solubilidade

Huan e Chang, em 2008a, avaliaram os efeitos do  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  nas propriedades do ST, evidenciando a possibilidade de utilizá-lo como material de preenchimento ósseo. Foram realizados testes de tempo de presa, injetabilidade, resistência a compressão, caracterização de superfície, solubilidade e bioatividade *in vitro*. Para o experimento foram utilizados 10, 15, 20 e 25% de solução de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  e água para o grupo controle, misturados ao pó de ST. Após a mistura, o cimento foi levado aos moldes de aço inoxidável com 6 mm de diâmetro e 8 mm de altura. Para o teste de solubilidade os corpos-de-prova foram pesados e imersos em solução de Ringer sob agitação a 37 °C por 4, 7, 10, 14, e 21 dias. Depois de passados os tempos experimentais os discos foram secos a 60 °C durante 24 h e o peso final de cada amostra foi medido. Os resultados mostraram uma diminuição na solubilidade conforme aumentava a concentração do  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  na solução. Os autores concluíram que a adição da solução de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  ao ST do diminui a solubilidade do material sem afetar a sua bioatividade, demonstrando que o material pode ser utilizado como preenchimento ósseo.

Em um estudo semelhante ao anterior, Huan e Chang, em 2008b também avaliaram as propriedades do ST, porém com  $\text{CaCO}_3$ . Foram realizados testes de tempo de presa, injetabilidade, resistência a compressão, caracterização de superfície, solubilidade e bioatividade *in vitro*. Os cimentos foram preparados com a percentagem de  $\text{CaCO}_3$  de 0%, 10%, 20%, 30%, e 40% do peso final do cimento. Os

cimentos foram manipulados com água deionizada e as misturas foram levadas a moldes de aço inoxidável com diâmetro de 6 mm por 10 mm de espessura e mantidos a 37 °C em ambiente úmido por 2, 7, 10, 14, 21 e 28 dias. Para a avaliação de solubilidade, os corpos-de-prova foram pesados e imersos em solução salina fosfata com pH 7,4 a 37°C, agitando em banho-maria durante 2, 4, 7, 10, 14 e 21. A solução era renovada todos os dias. Os discos foram secados a 60 °C durante 24 h e pesados novamente. Os resultados mostraram que com a adição de CaCO<sub>3</sub>, a solubilidade da pasta de compósito era significativamente maior do que a da pasta de ST puro e aumenta conforme a proporção de CaCO<sub>3</sub> adicionado ao cimento. Os autores concluíram que exceto para solubilidade, a adição de CaCO<sub>3</sub> ao ST melhora as propriedades do material e que essa associação pode ser considerada nas aplicações em regeneração óssea.

Grech et al., em 2013, avaliaram as propriedades físicas de um cimento experimental de ST acrescido de 20% de ZrO<sub>2</sub>, Bioaggregate<sup>®</sup>, Biodentine<sup>™</sup> e IRM como grupo controle. Foram avaliados radiopacidade, resistência à lavagem, absorção do fluido, solubilidade, tempo de presa, resistência à compressão e microdureza. Os materiais foram manipulados e compactados discos medindo 1 mm de altura por 15 mm de diâmetro e imersos HBSS encubados a 37 °C por 1 dia, em seguida, secados utilizando filtro de papel absorvente. Estes foram pesados 1 min depois de ser removido. Este processo foi repetido para medir a absorção de fluido das amostras por 1, 7, 14, 21 e 28 dias. Após 28 dias, a massa dos espécimes foi registrada e as amostras armazenadas a 23 °C durante 24 h, utilizando gel de sílica como dessecante até que seu peso pudesse ser registrado novamente e a perda de massa calculada matematicamente. A solubilidade dos materiais à base de ST foi negativa, e os autores atribuem esses resultados a deposição de uma camada de HA na superfície do cimento quando o material é colocado em contato com um fluido corporal simulado. Os autores concluíram com este estudo que a adição de radiopacificadores ao ST interfere nas propriedades físicas dos materiais quando comparado ao Biodentine<sup>™</sup>.

Utilizando uma metodologia inovadora para o teste de solubilidade Cavenago et al., em 2013, avaliaram a influência da relação entre pó e água na radiopacidade, tempo de tempo, pH, liberação cálcio e solubilidade do MTA. Os cimentos foram manipulados nas proporções 4:1, 3:1, e 2:1. Para o teste de solubilidade foram utilizados 30 dentes simulados de acrílico com os materiais preenchendo retro-

preparos e sendo escaneados por microtomografia computadorizada (Micro-CT) obtendo o volume de cimento de cada espécime. Após o primeiro escaneamento, os espécimes foram imersos em água destilada e deionizada por 7 dias, escaneados novamente e os volumes comparados. O grupo com proporção 2:1 apresentou resultados significativamente maiores para solubilidade. O teste de solubilidade usado como padrão tem limitações que podem ter uma influência nos resultados devido absorção de água pelo cimento. Este novo modelo de teste de solubilidade precisa de mais testes para que comprove realmente sua precisão. Os autores concluíram que a proporção pó/liquido interfere nas propriedades físico-químicas do MTA.

Dawood et al., em 2014, avaliaram algumas propriedades físicas e a liberação de íons de CPP-ACP quando incorporados de um MTA experimental, MTA angelus® e Biodentine™. Foram realizados testes de tempo de presa, solubilidade, resistência à compressão e microdureza Vickers dos três Cimentos incorporados com 0%, 0,5%, 1,0%, 2,0% e 3,0%, em peso, de CPP-ACP. Dez discos para cada grupo foram confeccionados seguindo as dimensões de 20 mm de diâmetro por 1,5 mm de espessura. Durante a inclusão dos cimentos um fio dental foi colocado no meio de modo que ficasse no meio da massa do corpo-de-prova. Os discos foram pesados e colocados em água destilada e deionizada a 37 °C por 7 dias e após isso, foram secados e pesados novamente. As maiores porcentagens de perda de massa foram do Biodentine™, seguido pelo MTA experimental e MTA.

Gandolfi et al., em 2014, avaliaram a lixiviação, pH, solubilidade, absorção de água, porosidade, caracterização da superfície, e bioatividade de dos cimentos o MTA Plus manipulado com líquido ou gel, ProRoot® MTA, e Dycal®. Discos de cada cimento foram confeccionados com as dimensões de 8 mm de diâmetro por 1,6 mm de espessura. Após 70% do tempo de presa cada disco foi pesado e colocado em 20ml de água onde após 24 h foi seco e realizada a outra pesagem. A solubilidade do MTA Plus com líquido foi de 18.5% e com gel 14.6%, ProRoot® MTA 10.7% e Dycal® 4.94%. Os autores concluíram que o ST em pó nanoparticulado pode explicar a maior libertação de íons e solubilidade em comparação com ProRoot® MTA.

Kaup, et al., em 2015 compararam as propriedades físicas dos cimentos MTA e Biodentine™. Foram realizados testes de solubilidade, microdureza, radiopacidade e tempo de presa. Para o teste de solubilidade, 144 corpos-de-prova foram realizados com 20 mm de diâmetro por 1,6 mm de espessura e pesados antes de tomarem presa em ambiente úmido a 37°C por 24 h. Após a presa foram imersos em meio de água

duplamente destilada e em SBF com pH de 7.4 por 1 min, 10 min, 1 h, 24 h, 72 h e 28 dias. Após os tempos experimentais os espécimes foram retirados e passaram por um processo de secagem a 37 °C por 24 h. Uma segunda pesagem foi realizada e a diferença entre os pesos foi calculada de modo que a porcentagem de perda de massa pudesse ser obtida. Os resultados mostraram que em solução de água o Biodentine™ foi significativamente mais solubilizado que MTA em todos os períodos de tempo. Sob as condições do estudo, o MTA pode ser descrito como quase insolúvel. Em meio de SBF alguns valores foram negativos, indicando um aumento de peso. Assim, podendo concluir que quase todas as amostras de MTA absorveram massa do SBF, no Biodentine™ isto só foi observado após 28 dias. Os autores concluíram com esses dados que o Biodentine™ pode libera uma quantidade mais elevada de ions de cálcio no meio fosfatado que pode explicar a maior solubilidade em contraste com os dados do MTA.

#### 2.2.6 Tempo de presa inicial

Huan e Chang, em 2008a, avaliaram os efeitos do Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> nas propriedades do ST, evidenciando a possibilidade de utilizá-lo como material de preenchimento ósseo. Foram realizados testes de tempo de presa, injetabilidade, resistência a compressão, caracterização de superfície, solubilidade e bioatividade *in vitro*. Para o experimento foram utilizados 10, 15, 20 e 25% de solução de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> e água para o grupo controle, misturados ao pó de ST. Após a mistura, o cimento foi levado aos moldes de aço inoxidável com 6 mm de diâmetro e 8 mm de altura. Para o teste de tempo de presa, foram utilizados agulha de Vicat, onde o tempo de presa inicial foi definido com agulha leve de 280 g penetrando até 5 mm do final do corpo-de-prova e o tempo de presa final foi definido com a agulha pesada de 350 g não deixando impressão visível sobre a superfície do cimento. Cada amostra foi medida cinco vezes e os dados analisados estatisticamente. O tempo de presa diminuiu conforme aumentou a concentração de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> na solução. Os autores concluíram que a adição da solução de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> ao ST diminuiu o tempo de presa sem afetar a sua bioatividade, demonstrando que o material pode ser utilizado como preenchimento ósseo.

Em um estudo semelhante ao anterior, Huan e Chang, em 2008b também avaliaram as propriedades do ST, porém com  $\text{CaCO}_3$ . Foram realizados testes de tempo de presa, injetabilidade, resistência a compressão, caracterização de superfície, solubilidade e bioatividade *in vitro*. Os cimentos foram preparados com a percentagem de  $\text{CaCO}_3$  de 0%, 10%, 20%, 30%, e 40% do peso final do cimento. Os cimentos foram manipulados com água deionizada e as misturas foram levada a moldes de aço inoxidável com diâmetro de 6 mm e mantidos a 37 °C em ambiente úmido. Os tempos de presa foram medidos com agulha de Vicat. Cada amostra foi medida cinco vezes e analisado estatisticamente. Os resultados mostraram que tempo de presa inicial foi reduzido de 90 min para 45 min quando a quantidade de  $\text{CaCO}_3$  foi de 40%. Os autores concluíram que o  $\text{CaCO}_3$  diminuiu consideravelmente o tempo de presa do material e que com um ajuste na solubilidade, o ST com  $\text{CaCO}_3$  pode ser um potencial candidato a aplicações em regeneração óssea.

Wang et al., em 2008, avaliaram o efeito de  $\text{CaCl}_2$  sobre o tempo de presa, pH, resistência a compressão e bioatividade do ST. Os corpos-de-prova foram confeccionados com através da mistura de ST com 0, 5%, 10% e 15% de  $\text{CaCl}_2$  com água deionizada e colocados em moldes metálicos com diâmetro de 6 mm e condicionados a 37 °C em ambiente úmido. O teste de tempo de presa foi realizado com agulha de Vicat. Os resultados mostraram uma diminuição no tempo de presa com o aumento de  $\text{CaCl}_2$  na solução. O aumento da proporção de  $\text{CaCl}_2$  diminuiu proporcionalmente o tempo de presa dos cimentos. Os autores concluíram que a adição de  $\text{CaCl}_2$  acelera o tempo de presa e melhora as demais propriedades testadas quando utilizado na proporção de 10%.

Chen et al., em 2009b, testaram algumas propriedades físico-químicas do cimento de silicato de cálcio. Cinco tipos de cimento foram produzidos pelo método sol-gel, com diferentes proporções de  $\text{SiO}_2$  e  $\text{CaO}$  (7:3/ 6:4/ 5:5/ 4:6 e 3:7). O pó foi misturado a água destilada numa proporção de 0,5 g/ml e inserido em moldes cilíndricos 6 mm de altura e 12 mm de altura, incubados em 100% de umidade relativa a 37°C. Para os testes foi utilizado uma agulha de Gilmore, com 400 g. O tempo de presa variou de 12 a 42 min, sendo menor no cimento com menor quantidade de silicato e maior para o cimento com maior quantidade de silicato. Os melhores valores de resistência à compressão foram encontrados nos cimentos com proporção de 5:5 e 4:6. Os autores concluíram que entre os cinco cimentos estudados, as proporções

de 4:6 e 3:7 apresentaram tempos de presa encurtados com melhores dados de resistência mecânica, sendo mais indicados para os tratamentos endodônticos.

Ao estudar a interferência do agente radiopacificador nas propriedades do ST e do CP, Formosa et al., em 2012a, testaram resistência a compressão do ST e do CP puros e acrescidos de 20% de  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  em diferentes ambientes. Os cimentos foram manipulados com água e mantidos por 28 dias em atmosfera de 100% de umidade, imersos em água destilada ou HBSS a  $37^\circ\text{C}$ . O teste foi realizado com agulha do tipo Vicat, que consiste em uma agulha de secção transversal quadrada com uma massa total de 400 g. O ST exibiu um tempo de presa reduzido quando comparado com o CP, e o mesmo se aplica para os cimentos contendo  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ . A imersão em líquido retardou a presa do cimento, enquanto a imersão em HBSS resultou na presa incompleta justificada pela presença de fosfato, na solução, que induz a formação de hidróxidos insolúveis. Os autores concluíram que a presença do bismuto retarda a presa dos cimentos, assim como o meio simulado.

Grech et al., em 2013, avaliaram as propriedades físicas de um cimento experimental de ST+ $\text{ZrO}_2$ , Bioaggregate<sup>®</sup>, Biodentine<sup>™</sup> e Material Restaurador Intermediário como grupo controle. Foram avaliados radiopacidade, resistência à lavagem, absorção do fluido, solubilidade, tempo de presa, resistência à compressão e microdureza. Os materiais foram manipulados e compactados em moldes retangulares de aço inoxidável medindo 10 mm por 8 mm e 5 mm de profundidade e logo após condicionados em gel de HBSS encubados a  $37^\circ\text{C}$ , sendo avaliados com intervalos de 15 min com agulha tipo Vicat, determinando o tempo de presa final. O tempo de presa foi maior para o Bioaggregate<sup>®</sup>, seguido do ST+ $\text{ZrO}_2$ , Biodentine<sup>™</sup> e o IRM. Os autores concluíram que mesmo que mesmo com constituintes semelhantes o Biodentine<sup>™</sup> e o cimento experimental obtiveram tempos de presa diferentes.

Cavenago et al., em 2013, avaliaram a Influência da relação entre pó e água na radiopacidade, tempo de tempo, pH, liberação cálcio e solubilidade do MTA. Os cimentos foram manipulados nas proporções 4:1, 3:1, e 2:1. Para o teste de tempo de presa nove anéis metálicos (3 por grupo) de 10 mm de diâmetro por 2 mm de espessura foram preenchidos com o cimento, após 180 segundos foi utilizada a agulha de Gilmore cada espécime com intervalos de 60 s. A partir do momento que não foi mais possível verificar a marca circular completa na superfície da amostra, foi estabelecido o tempo de presa inicial. O tempo de presa diminuiu de acordo com o aumento de água na relação pó/líquido e juntamente os com demais testes realizados



pelos autores o grupo de relação 2:1 de pó e líquido prejudicou as propriedades físico-químicas do MTA. Os autores concluíram que apesar de diminuir o tempo de presa, o aumento de água na manipulação do MTA interfere nas suas propriedades físico-químicas.

Dawood et al., em 2014, avaliaram algumas propriedades físicas e a liberação de íons de CPP-ACP quando incorporados de um MTA experimental, MTA angelus® e Biodentine™. Foram realizados testes de tempo de presa, solubilidade, resistência à compressão e microdureza Vickers dos três cimentos incorporados com 0%, 0,5%, 1,0%, 2,0% e 3,0%, em peso, de CPP-ACP. Os cimentos foram manipulados em anéis metálicos de 10 mm de diâmetro por 5 mm de espessura e condicionados a 37 °C em ambiente de 100% de umidade, totalizando 10 espécimes por grupo. Foi utilizado uma agulha de Gilmore de aproximadamente 400 g e no momento que não foi mais possível verificar a marca circular completa na superfície da amostra, foi estabelecido o tempo de presa. Os resultados mostraram que o tempo de presa foi menor para o Biodentine™, seguido do MTA, já o cimento experimental obteve o maior tempo de presa dos cimentos. A adição de CPP-ACP aumentou o tempo de presa de acordo com que aumentava também sua concentração. Os autores concluíram que a adição de CPP-ACP aos cimentos testados interfere negativamente no seu tempo de presa.

Para avaliar o efeito do Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sobre as propriedades físico-químicas do MTA Angelus®, Grazziotin-Soares et al., em 2014, realizaram os testes de MEV, EDX e DRX para caracterização do material, bem como resistência à compressão, microdureza e tempo de presa. Foram confeccionados 12 corpos-de-prova de MTA e MTA sem Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> com dimensões de 10 mm de diâmetro e 2 mm de espessura e mantidos a 37 °C e ambiente úmido durante o teste. Foram utilizadas agulhas de Gilmore para tempo de presa inicial e final onde a partir do momento que não foi mais possível verificar a marca circular completa na superfície da amostra foi determinado o tempo de presa. Os resultados mostraram que o Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> retardou o tempo de presa do MTA Angelus®, porém com a quantidade de amostras mensuradas não houve diferença significativa entre os grupos.

Kaup, et al., em 2015, compararam as propriedades físicas dos cimentos MTA e Biodentine™. Foram realizados testes de solubilidade, microdureza, radiopacidade e tempo de presa. O teste de tempo de presa foi realizado com seis corpos-de-prova por grupo medindo 10 mm de diâmetro por 1 mm de espessura sempre a 37 °C e ambiente úmido. Depois de manipulados de acordo com os fabricantes, os cimentos

foram colocados moldes de dentes onde uma agulha de Gilmore de 100 g era colocada delicadamente na superfície do cimento. Este teste foi repetido a cada minuto até que nenhuma impressão pudesse ser visualizada e o tempo anotado. Os resultados para o Biodentine™ foi aproximadamente 85 min e aproximadamente 228 min MTA, onde o Biodentine™ é significativamente menor.

Xuereb et al., em 2015, desenvolveram, caracterizaram e avaliaram as propriedades do ST com diferentes radiopacificadores. Foram utilizados zirconato de bário, zirconato de cálcio e zirconato de estrôncio misturados ao pó de ST e sinterizados junto com o material. O MTA Angelus® foi utilizado como grupo controle. Foram confeccionados espécimes cilíndricos de 10 mm de diâmetro por 5 mm de altura para cada grupo, imersos em HBSS a 37 °C e a partir de 15 min era utilizado uma agulha de Vicat a cada minuto, até que a indentação em forma de losango não ficasse completa na superfície no material, determinando assim o tempo de presa. O grupo controle apresentou o valor de 1.86 h, enquanto os espécimes sinterizados não obtiveram presa ou dissolveram em meio de HBSS. Para os grupos com os radiopacificadores misturados ao ST apenas o zirconato de estrôncio não apresentou valores menores que 24 h. Os autores concluíram que apesar dos radiopacificadores sinterizados junto ao ST não apresentarem presa completa e os misturados ao ST tenham obtidos valores elevados de tempo de presa, essa propriedade não é determinante para um material retro-obturador e essas variações na presa podem ser corrigidas com formulações mais aprimoradas.

### **3 OBJETIVOS**

#### **3.1 Objetivo geral**

Caracterizar e comparar algumas propriedades físico-químicas do cimento de silicato tricálcico acrescido de diferentes agentes radiopacificadores.

#### **3.2 Objetivos específicos**

Caracterizar, por microscopia eletrônica de varredura, as partículas de pó e a superfície destes cimentos experimentais.

Avaliar *in vitro* a bioatividade dos cimentos experimentais em fluido corporal simulado, por meio de microscopia eletrônica de varredura e espectroscopia por energia dispersiva de raios-X.

Estudar o efeito sobre a microdureza Vickers, radiopacidade, resistência à compressão, solubilidade e tempo de presa da incorporação de óxido de bismuto, óxido de zircônio, subcarbonato de bismuto ou sulfato de bário ao silicato tricálcico.

## 4 MATERIAIS E MÉTODOS

### 4.1 Materiais

Para o presente estudo, foram utilizados o ST puro (Mineral Research Processing, Meyzieu, França) ou acrescido de radiopacificadores, Cimento Portland (Cimentos Rio Branco AS, Rio de Janeiro, RJ, Brasil) acrescido de 20% de óxido de bismuto simulando a formulação original do MTA branco (MTA Branco Angelus®, Angelus, Londrina, PR, Brasil) e Biodentine™ (Septodont, Saint-Maur-des-fossés Cedex, França). Todas as formulações testadas dos materiais foram aviadas no Laboratório de Pesquisa Multiusuário da Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Mato Grosso do Sul (FAODO/UFMS), conforme o Quadro 1.

Quadro 1 – Grupos experimentais e agentes radiopacificadores adicionados aos materiais.

<b>Grupo</b>	<b>Material</b>
1	Silicato tricálcico
2	Silicato tricálcico + óxido de bismuto
3	Silicato tricálcico + dióxido de zircônio
4	Silicato tricálcico + subcarbonato de bismuto
5	Silicato tricálcico + sulfato de bário
6	Cimento Portland + óxido de bismuto
7	Biodentine™

### 4.2 Preparo dos cimentos

Para o preparo das amostras foram realizadas pesagens do ST, cimento Portland branco e dos agentes radiopacificadores, em balança semianalítica eletrônica de precisão (Ohaus Corp., Pine Brook, NJ, EUA) e a mistura dos componentes foi realizada manualmente, em gral e pistilo cerâmicos seguindo as proporções em massa de 80% de cimento e 20% de material radiopacificador

(TORABINEJAD e WHITE, 1995; TORABINEJAD et al., 2013a). Todos os agentes radiopacificadores utilizados foram da marca Synth (Diadema, SP, Brasil).

A manipulação dos cimentos, com exceção do Biodentine™, foi na proporção pó/líquido (3:1, massa), com o auxílio de uma micropipeta monocal de volume variável (Digipet, Curitiba, PR, Brasil) conforme Torabinejad et al. (1995). O pó foi incorporado à água destilada aos poucos, com a ajuda de uma espátula metálica flexível nº 24 (SS White/Duflex, Rio de Janeiro, RJ, Brasil) realizando-se uma espatulação vigorosa, sobre uma placa de vidro lisa e limpa. Quando foi obtida uma massa de consistência homogênea, o cimento foi introduzido nos diferentes moldes propostos para cada teste, com o auxílio de uma espátula de inserção e um calcador endodôntico (SS White/Duflex, Rio de Janeiro, RJ, Brasil). Esta inserção foi realizada sobre uma balança semi-analítica, de modo a padronizar a pressão de condensação do material em 500 g, evitando possíveis vieses experimentais por consequência de variações durante o procedimento (NEKOO FAR et al., 2007).

O Biodentine foi manipulado de acordo com as recomendações do fabricante, utilizando-se um amalgamador (Dabi Atlante, Ribeirão Preto, SP, Brasil) para a mistura do cimento. Foram misturadas 5 gotas do líquido ao pó do material e levados a agitação por 30 s.

### 4.3 Caracterização dos cimentos

Foram analisados, de cada grupo experimental, um corpo-de-prova, medindo 6 mm de altura por 4 mm de diâmetro e 0,2 g do pó sem que tivesse sido previamente hidratado. Os espécimes e as partículas de pó foram fixados com fita adesiva dupla face de carbono específica para MEV, em *stubs* metálicos circulares e levados ao aparelho metalizador para serem recobertos por uma camada de 70 nm de ouro. A caracterização foi realizada em microscópio eletrônico de varredura modelo JSM 5410 (JEOL Ltda, Tóquio, Japão; Figura 1) no Laboratório de Materiais do Instituto de Física da Universidade Federal de Mato Grosso do Sul.

Os espécimes tiveram as superfícies analisadas e imagens das áreas representativas foram obtidas em aumento de 1.000x, 10.000x. Para os pós, imagens das áreas representativas foram obtidas em aumentos de 1.000x, 10.000x. Imagens

geradas por elétrons retroespalhados também foram obtidas para detecção das partículas dos agentes radiopacificadores, com maior peso atômico.

Figura 1 – Microscópio eletrônico de varredura modelo JSM 5410.



#### 4.4 Bioatividade

Subsequentemente à manipulação dos cimentos, dois corpos-de-prova de cada grupo foram confeccionados em anéis de teflon circulares com 2 mm de altura e 10 mm de diâmetro interno e imersos por 7 e 28 dias em 10 mL de SBF, aviado de acordo com a fórmula proposta por Kokubo e Takamada (2006), no Laboratório de Bioquímica Clínica do Curso de Farmácia da UFMS. A solução de SBF foi renovada a cada 7 dias. Passados os tempos experimentais, os corpos-de-prova foram lavados cuidadosamente em água destilada e deionizada, secos em estufa a 60 °C, fixados em *stubs* metálicos com fita adesiva dupla face de carbono e levados ao metalizador para serem recobertos por uma camada de 70 nm de ouro (Figura 1). Fotomicrografias foram obtidas através do microscópio eletrônico de varredura modelo JSM 5410 (JEOL Ltda, Tóquio, Japão; Figura 1).

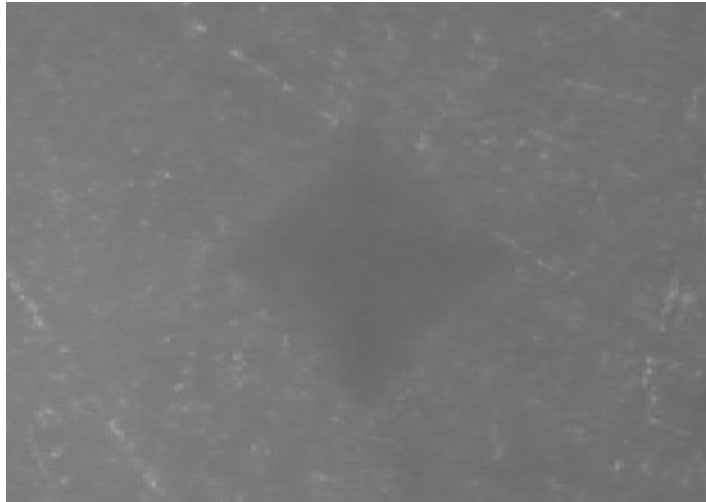
As superfícies dos espécimes foram analisadas e as áreas representativas da amostra foram obtidas imagens com ampliações de 2.000x e 10.000x.

#### **4.5 Microdureza superficial**

O teste de microdureza foi realizado conforme preconizado por Nekoofar et al. (2007). Após manipulação, os cimentos foram colocados em moldes circulares de resina acrílica (Clássico Jet 440 GRS Rosa, São Paulo, SP, Brasil) com orifícios de 4 mm de diâmetro e 6 mm de altura, obtendo 12 corpos-de-prova para cada grupo. Os moldes foram mantidos em ambiente com 100% de umidade a 37 °C durante 96 h. Após este período, as amostras foram retiradas do ambiente úmido e suas superfícies foram cuidadosamente polidas manualmente com lixas d'água de granulação 400, 600 e 1200 (3M do Brasil, Sumaré, SP, Brasil).

Os moldes circulares com os corpos-de-prova foram levados a um microdurômetro (Shimadzu HMV-2, Kyoto, Japão), onde o penetrador de diamante fazia uma indentação em forma de losango na superfície dos espécimes, utilizando carga de 5 N durante 30 s (Figura 2). Foram realizadas cinco indentações equidistantes para cada amostra, sendo o valor da microdureza em cada indentação registrado em *Vickers Hardness Number* (VHN). O valor final da microdureza superficial de cada corpo-de-prova foi dado pela média entre as cinco leituras. Os resultados obtidos foram submetidos à análise estatística paramétrica (*one-way ANOVA*), complementada por teste de Tukey ( $\alpha=0,05$ ).

Figura 2 – Imagem da indentação na superfície do material.



#### 4.6 Radiopacidade

O teste de radiopacidade seguiu o método proposto por Cavenago et al. (2013). Foram confeccionados 5 corpos-de-prova para cada grupo experimental. Após a manipulação, os materiais foram inseridos em anéis metálicos medindo 1 mm de altura por 10 mm de diâmetro interno, sendo levados à estufa a 37 °C e 100% de umidade relativa do ar por 96 h.

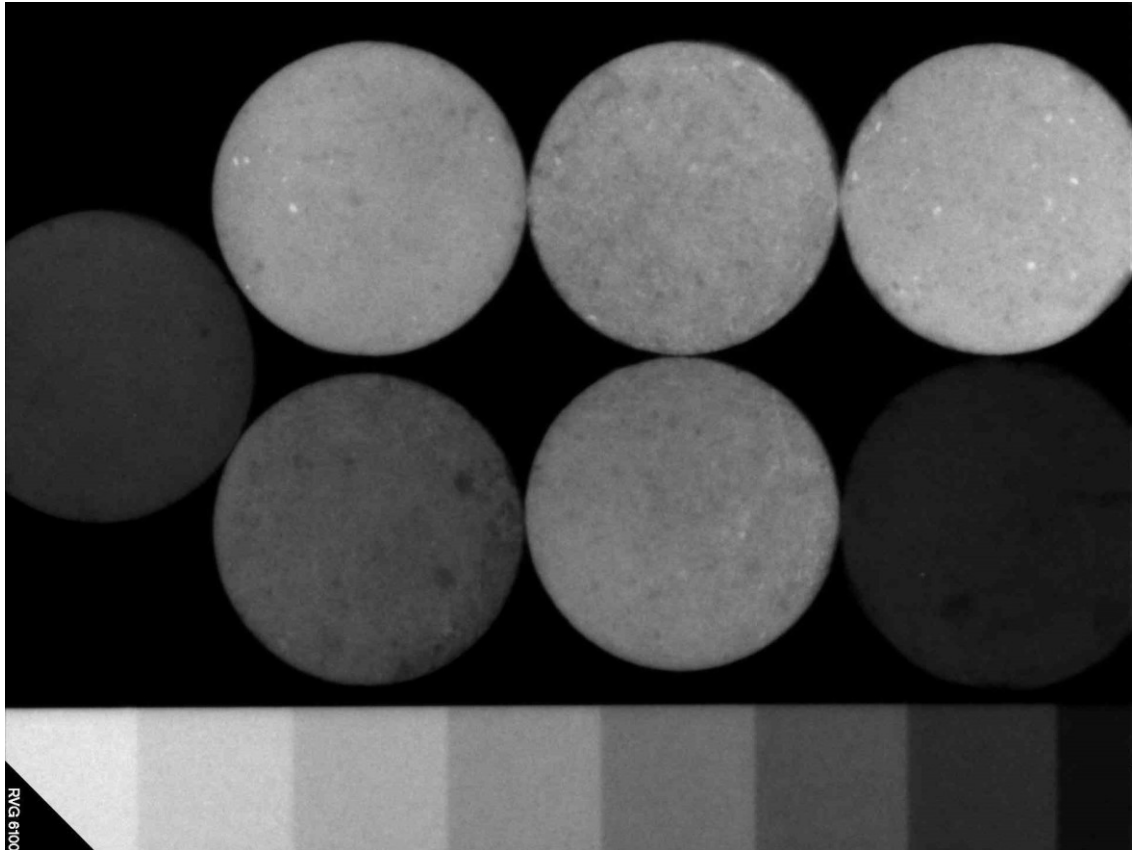
Um sensor de radiografia digital direta (RVG 6100, Kodak, USA) foi usado para obter as radiografias de cada grupo. Cada corpo-de-prova foi colocado sobre o sensor, juntamente com um penetrômetro de alumínio com espessura variando de 1 a 10 mm, em degraus uniformes de 1 mm, e irradiados com um aparelho de raios-X (Spectro 70x, Dabi Atlante, Brasil) com a distância foco-objeto de 30 cm e tempo de exposição de 0,2 s.

As imagens geradas (Figura 3) foram gravadas em computador e analisadas por *software* (Photoshop, Adobe, EUA). Na análise, toda a região do corpo-de-prova foi selecionada e obtida uma média dos valores de tons de cinza da imagem, representando a densidade radiográfica. Este valor foi comparado com a imagem da escala de alumínio e, por regressão linear, foi possível determinar a radiopacidade do material em mmAl. A partir destes dados transformados, foi realizada a análise



estatística paramétrica *one-way* ANOVA, complementada por teste de Tukey ( $\alpha=0,05$ ).

Figura 3 – Imagem radiográfica com os corpos-de-prova e o penetrômetro.



#### 4.7 Resistência à compressão

O teste de resistência à compressão seguiu o método proposto por Nekoofar et al. (2007). Foram confeccionados 10 corpos-de-prova para cada grupo experimental, utilizando moldes circulares de teflon medindo 6 mm de altura por 4 mm de diâmetro interno. Os moldes foram preenchidos com os cimentos recém manipulados e levados a um ambiente com 100% de umidade a 37 °C durante 96 h. Após este período, as amostras foram retiradas do ambiente controlado e suas superfícies foram polidas por lixa d'água de granulação 400 (3M do Brasil, Sumaré, SP, Brasil), obtendo uma superfície plana.

As amostras foram removidas dos moldes e levadas à máquina universal de ensaios (Instron, modelo 1334, Instron Corp., Canton, MA), do Laboratório de Biomateriais da Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo, dotada de um acessório construído especialmente para possibilitar o encaixe da amostra na célula de carga. A compressão foi realizada com velocidade de 1 mm/min, por 30 s, e os resultados obtidos expressos em MPa e submetidos à análise estatística paramétrica (*one-way* ANOVA), complementada por teste de Tukey ( $\alpha=0,05$ ).

#### 4.8 Solubilidade

O processo de avaliação da solubilidade por perda de volume foi realizado de acordo com Cavenago et al. (2013). Foram confeccionados 9 corpos-de-prova cilíndricos para cada grupo, utilizando moldes circulares de teflon medindo 6 mm de altura por 4 mm de diâmetro. Os moldes foram preenchidos com os cimentos recém manipulados e levados a um ambiente com 100% de umidade a 37 °C durante 96 h. Três amostras por vez foram colocadas dentro de um eppendorf, empilhadas e separadas por uma pequena camada de cera vermelha, de modo que os corpos-de-prova ficassem alinhados e separados para serem escaneados em um microtomógrafo computadorizado de bancada (micro-CT) (SkyScan 1174v2; SkyScan, Kontich, Bélgica; Figura 4). Os dados digitais do micro-CT foram processados por *software* de reconstrução (NRecon v1.6.4.8, SkyScan) e o *software* CTAN (CTAN v1.11.10.0, SkyScan) foi utilizado para as medições de volume de material através do *plug-in* de análise 3D. Depois da primeira medição, os corpos-de-prova foram mantidos imersos, individualmente, em água destilada por 10 dias, e em seguida foram escaneados novamente, utilizando os mesmos parâmetros adotados na avaliação inicial, bem como para reconstrução e análise do volume das amostras (Figura 5). Dessa forma, foi possível realizar uma análise quantitativa do volume perdido, e a solubilidade foi determinada subtraindo o valor do volume inicial e final, onde o valor resultante da diferença foi dividido pelo valor do volume inicial e multiplicado por 100, para dessa forma representar a solubilidade em porcentagem, e assim demonstrar a proporção do material solubilizado.

Os resultados, registrados em porcentagem foram submetidos à análise estatística paramétrica (*one-way* ANOVA), complementada por teste de Tukey ( $\alpha=0,05$ ).

Figura 4 – Microtomógrafo computadorizado de bancada, SkyScan 1174v2.

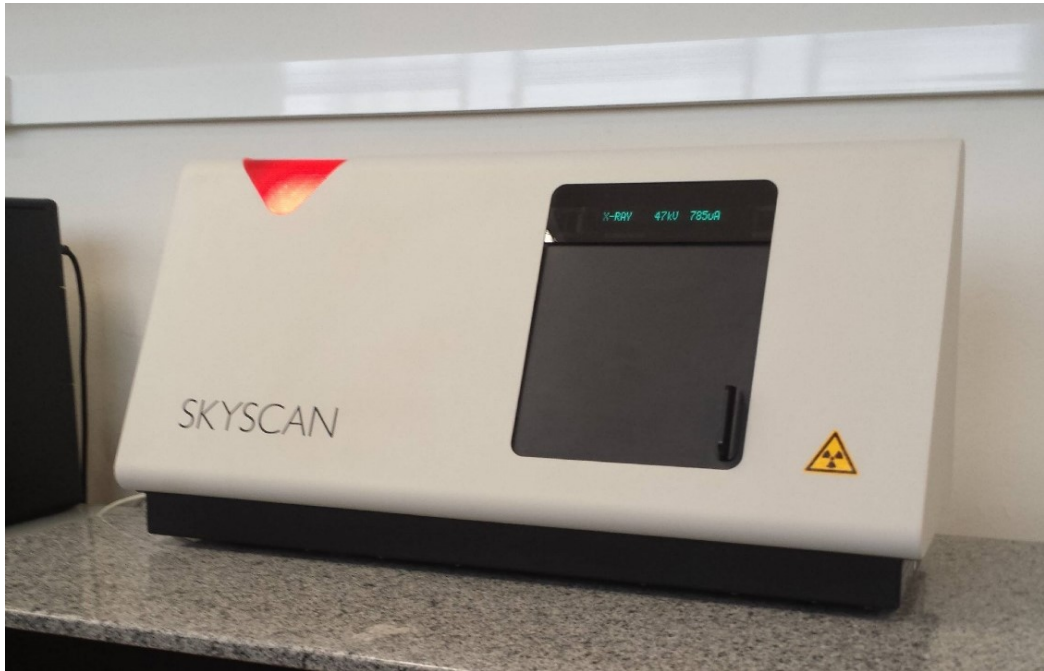


Figura 5 – Corpos-de-prova posicionados para digitalização no micro-CT.



#### 4.9 Tempo de presa inicial

O processo de avaliação do tempo de presa realizado de acordo com a normatização ISO 6876/2001. Após a manipulação dos cimentos, 10 corpos-de-prova de cada grupo foram confeccionados em anéis de teflon circulares com 2 mm de altura e 10 mm de diâmetro interno, dispostos sobre uma placa de vidro, tendo os tempos de presa inicial aferidos a cada cinco minutos através de uma agulha de Gilmore com  $\frac{1}{4}$  de libra (113,4 gramas) e ponta com diâmetro de 1 mm, até que somente uma marcação em forma de meia-lua passasse a ser observada, indicando a presa inicial do material. Nos intervalos entre as medições, os corpos-de-prova ficaram armazenados a 37 °C e 100% de umidade relativa do ar. Os resultados, registrados em minutos, foram submetidos à análise estatística paramétrica (*one-way ANOVA*), complementada por teste de Tukey ( $\alpha=0,05$ ).

## 5 RESULTADOS

### 5.1 Caracterização dos cimentos

Cada grupo experimental foi observado ao microscópio eletrônico de varredura, gerando imagens que caracterizavam as partículas dos pós dos cimentos e as superfícies dos mesmos após a hidratação. As imagens produzidas por retroespalhamento de elétrons também foram obtidas possibilitando a diferenciação do agente radiopacificador das demais partículas. As fotomicrografias obtidas encontram-se reproduzidas nas Figuras 6 a 19.

Figura 6 - Fotomicrografias eletrônicas de varredura do pó do silicato tricálcico puro (grupo 1). A e B) imagens produzidas com 1.000x de magnificação, a partir de elétrons secundários e de elétrons retroespalhados, respectivamente; C e D) imagens produzidas com 10.000x de magnificação, a partir de elétrons secundários e de elétrons retroespalhados, respectivamente.

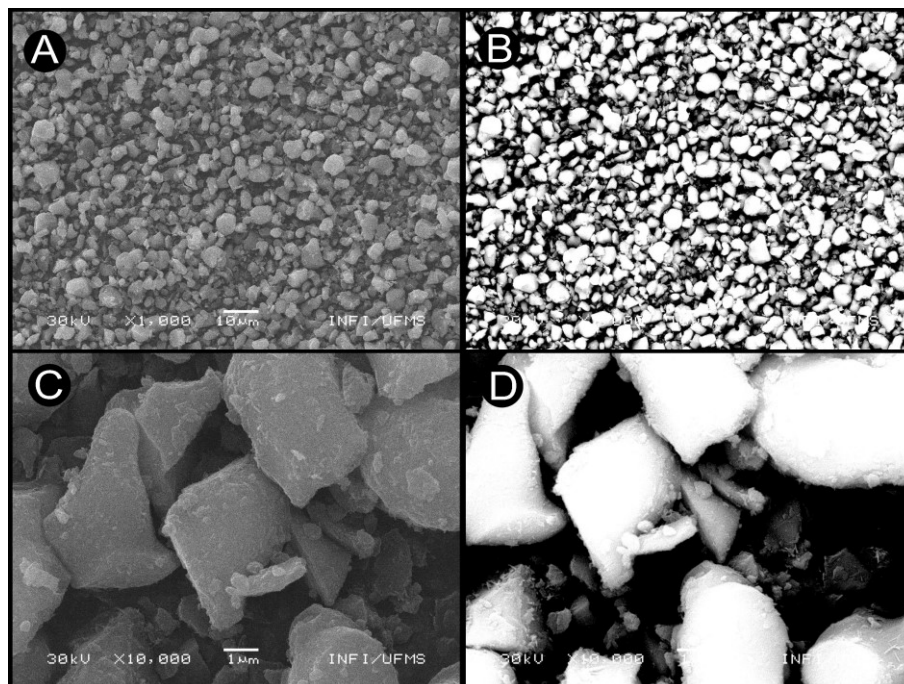


Figura 7 - Fotomicrografias eletrônicas de varredura do pó do silicato tricálcico acrescido de óxido de bismuto (grupo 2). A e B) imagens produzidas com 1.000x de magnificação, a partir de elétrons secundários e de elétrons retroespalhados, respectivamente; C e D) imagens produzidas com 10.000x de magnificação, a partir de elétrons secundários e de elétrons retroespalhados, respectivamente.

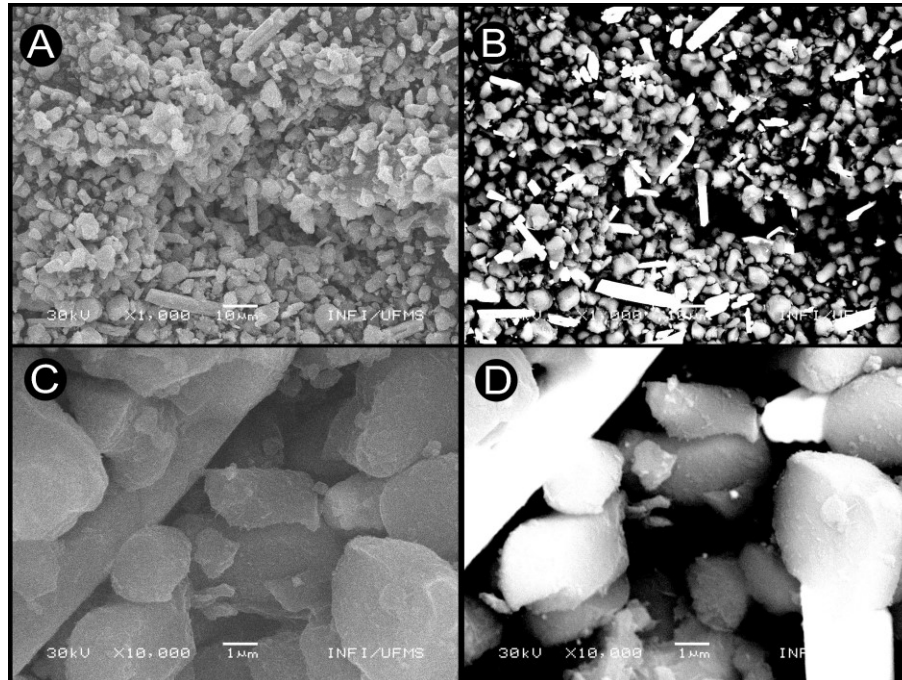


Figura 8 - Fotomicrografias eletrônicas de varredura do pó do silicato tricálcico acrescido de dióxido de zircônio (grupo 3). A e B) imagens produzidas com 1.000x de magnificação, a partir de elétrons secundários e de elétrons retroespalhados, respectivamente; C e D) imagens produzidas com 10.000x de magnificação, a partir de elétrons secundários e de elétrons retroespalhados, respectivamente.

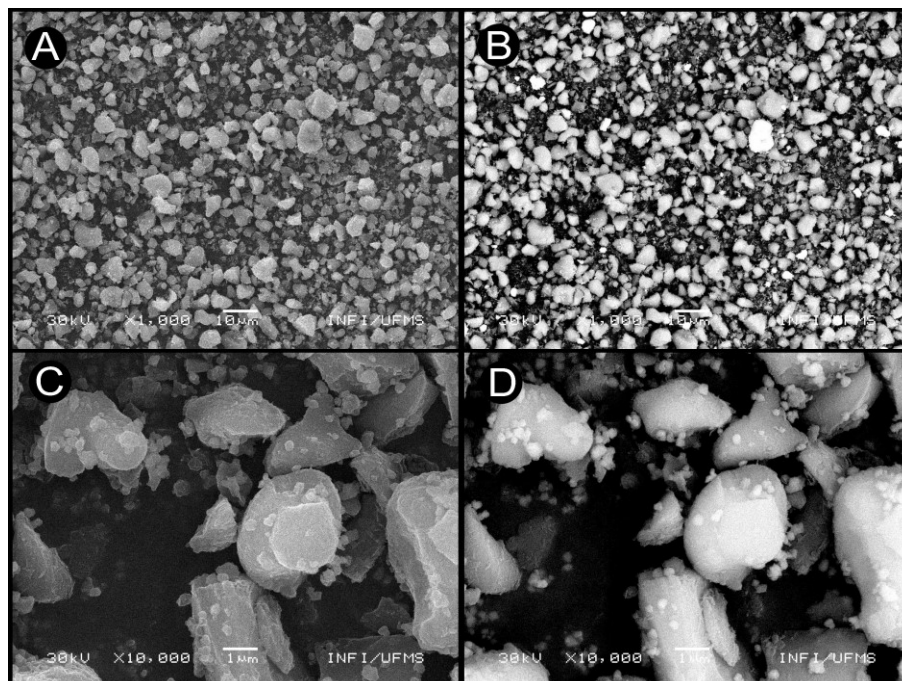


Figura 9 - Fotomicrografias eletrônicas de varredura do pó do silicato tricálcico acrescido de subcarbonato de bismuto (grupo 4). A e B) imagens produzidas com 1.000x de magnificação, a partir de elétrons secundários e de elétrons retroespalhados, respectivamente; C e D) imagens produzidas com 10.000x de magnificação, a partir de elétrons secundários e de elétrons retroespalhados, respectivamente.

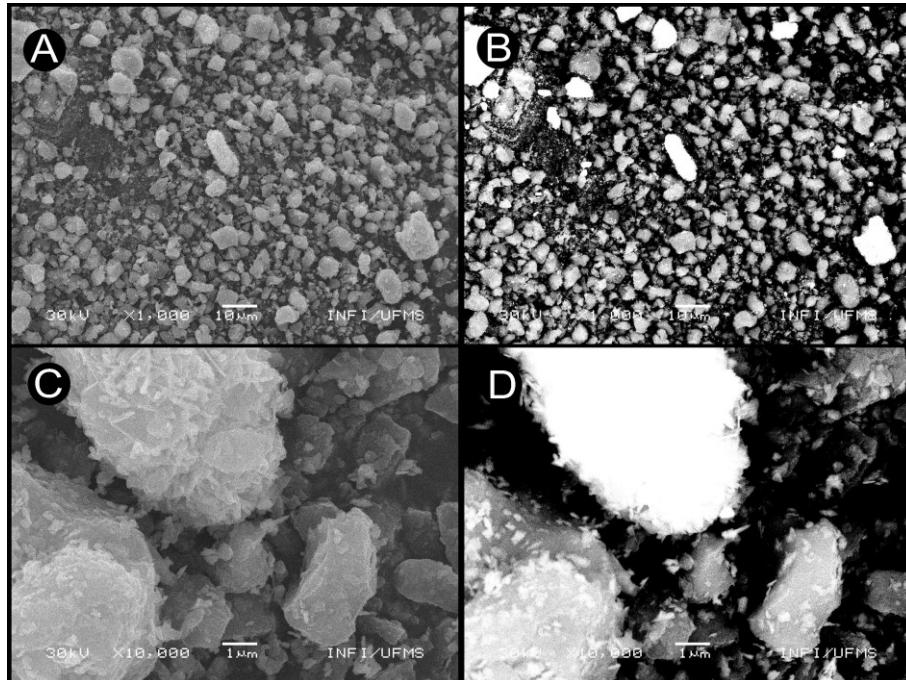


Figura 10 - Fotomicrografias eletrônicas de varredura do pó do silicato tricálcico acrescido de sulfato de bário (grupo 5). A e B) imagens produzidas com 1.000x de magnificação, a partir de elétrons secundários e de elétrons retroespalhados, respectivamente; C e D) imagens produzidas com 10.000x de magnificação, a partir de elétrons secundários e de elétrons retroespalhados, respectivamente.

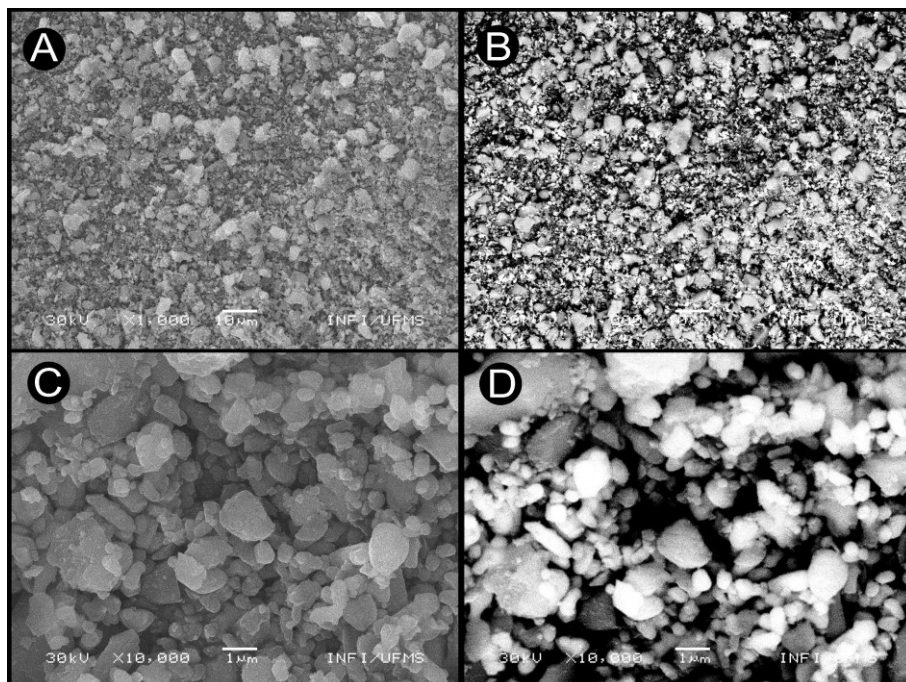




Figura 11 - Fotomicrografias eletrônicas de varredura do pó do cimento Portland acrescido de óxido de bismuto (grupo 6). A e B) imagens produzidas com 1.000x de magnificação, a partir de elétrons secundários e de elétrons retroespalhados, respectivamente; C e D) imagens produzidas com 10.000x de magnificação, a partir de elétrons secundários e de elétrons retroespalhados, respectivamente.

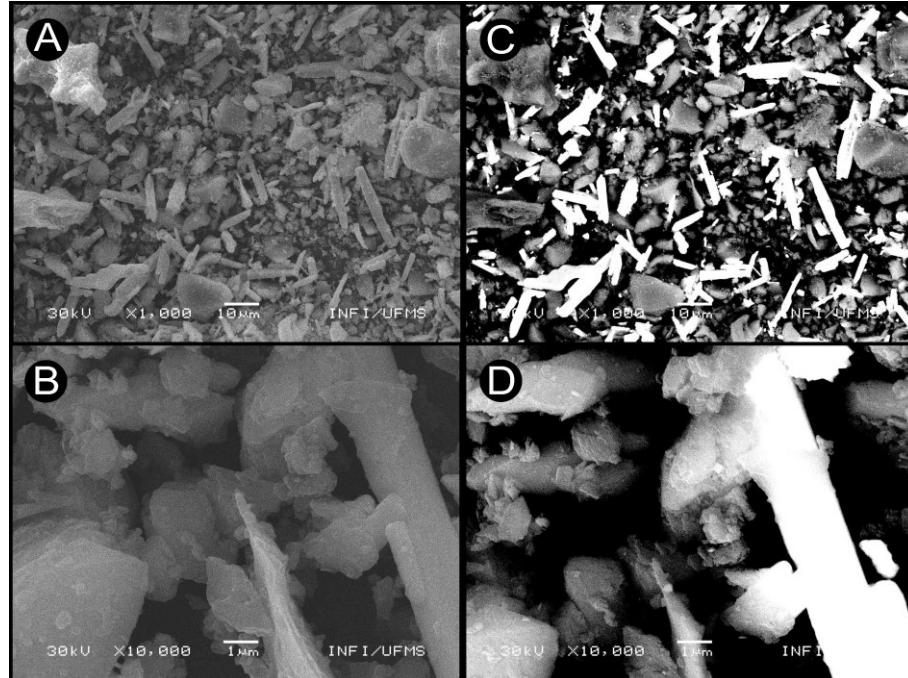
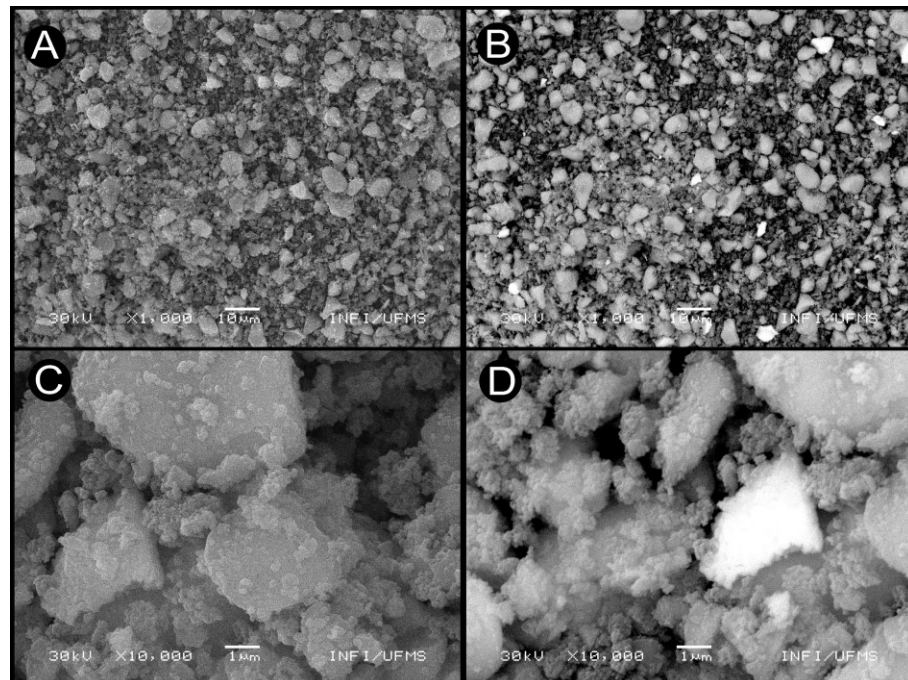


Figura 12 - Fotomicrografias eletrônicas de varredura do pó do Biodentine™ (grupo 7). A e B) imagens produzidas com 1.000x de magnificação, a partir de elétrons secundários e de elétrons retroespalhados, respectivamente; C e D) imagens produzidas com 10.000x de magnificação, a partir de elétrons secundários e de elétrons retroespalhados, respectivamente.





O ST puro exibiu partículas pequenas e uniformes, sendo possível encontrar um padrão semelhante em todos os outros grupos, com exceção do Portland+Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Os diferentes agentes radiopacificadores, presentes em cada grupo experimental e evidenciados nas fotomicrografias pela difração de elétrons retroespalhados, apresentavam formatos e tamanhos variados. O ST+Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> exibiu, misturadas às partículas de formato típico do silicato tricálcico, estruturas finas e alongadas, em formato de agulha (aciculares), de morfologia compatível com o óxido de bismuto.

Os agentes radiopacificadores dos grupos contendo ST+ZrO<sub>2</sub>, ST+BaSO<sub>4</sub> e o Biodentine apresentaram partículas menores e com distribuição homogênea em meio ao silicato tricálcico.

No grupo composto pelo ST+(BiO)<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, o agente radiopacificador mostrou ter partículas maiores do que o ST ou dos outros radiopacificadores testados. As imagens geradas por elétrons retroespalhados mostram uma possível aglomeração de partículas menores, formando corpos maiores.

O grupo constituído por Portland+Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> apresentou partículas heterogêneas, em uma morfologia compatível com sua composição por múltiplos óxidos. As formas aciculares observadas foram evidenciadas como sendo óxido de bismuto.

Figura 13 - Fotomicrografias eletrônicas de varredura do silicato tricálcico puro (grupo 1). A) imagem produzida com 1.000x de magnificação; B) imagem produzida com 10.000x de magnificação. As setas mostram microcanais.

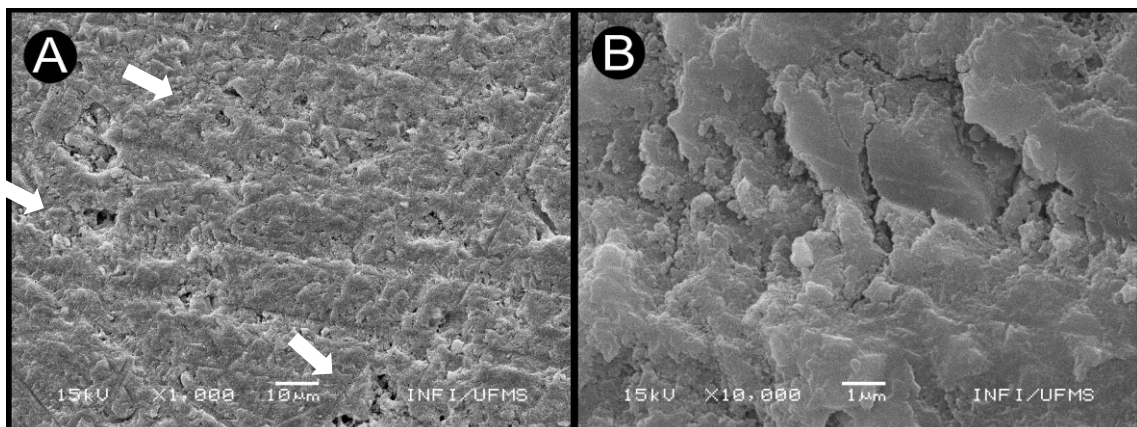


Figura 14 - Fotomicrografias eletrônicas de varredura do silicato tricálcico acrescido de óxido de bismuto (grupo 2). A) imagem produzida com 1.000x de magnificação; B) imagem produzida com 10.000x de magnificação.

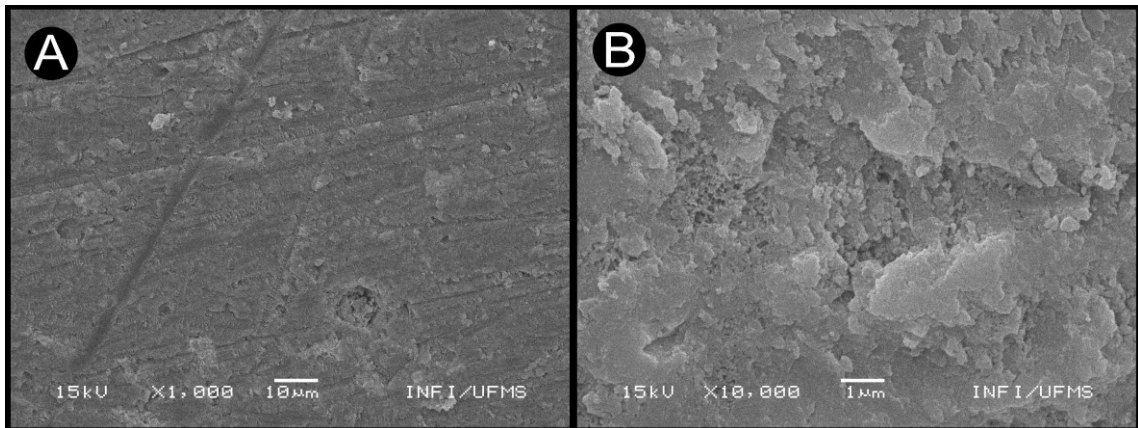


Figura 15 - Fotomicrografias eletrônicas de varredura do silicato tricálcico acrescido de dióxido de zircônio (grupo 3). A) imagem produzida com 1.000x de magnificação; B) imagem produzida com 10.000x de magnificação.

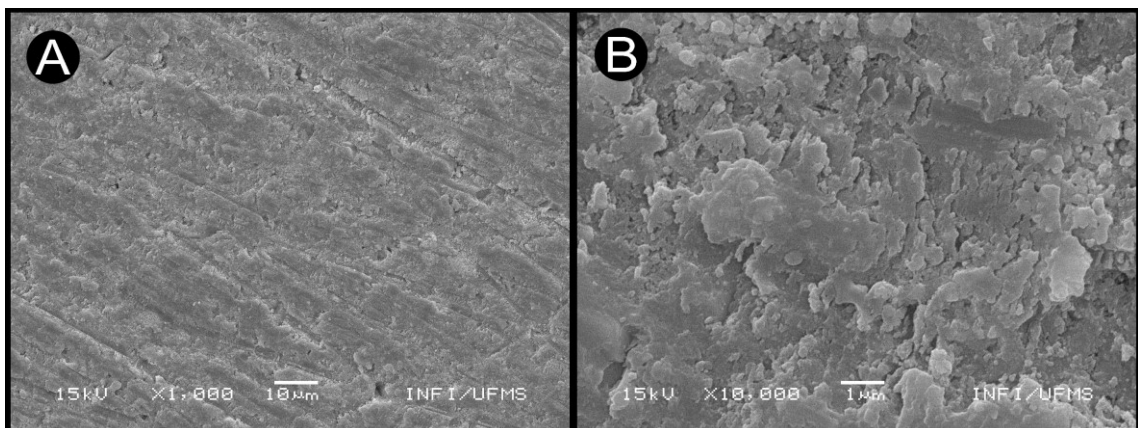


Figura 16 - Fotomicrografias eletrônicas de varredura do silicato tricálcico acrescido de subcarbonato de bismuto (grupo 4). A) imagem produzida com 1.000x de magnificação; B) imagem produzida com 10.000x de magnificação.

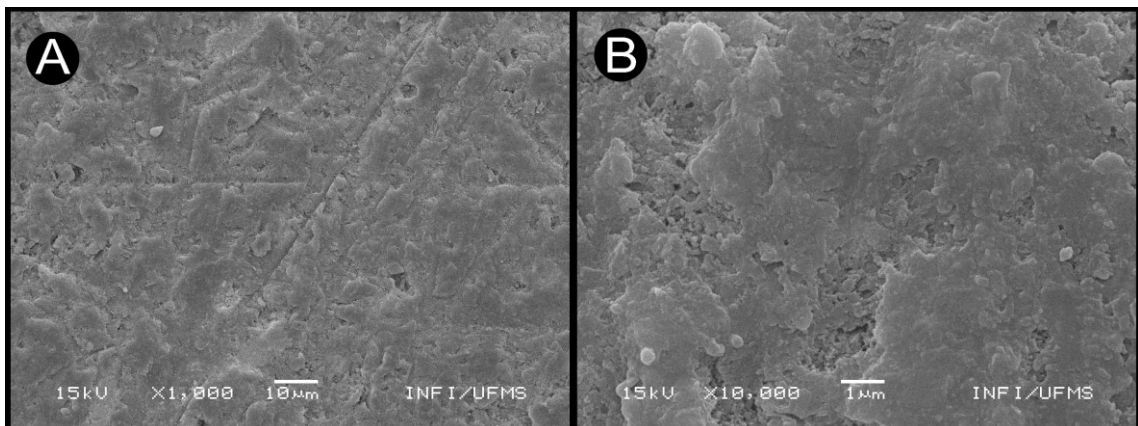


Figura 17 - Fotomicrografias eletrônicas de varredura do Silicato tricálcico acrescido de sulfato de bário (grupo 5). A) imagem produzida com 1.000x de magnificação; B) imagem produzida com 10.000x de magnificação.

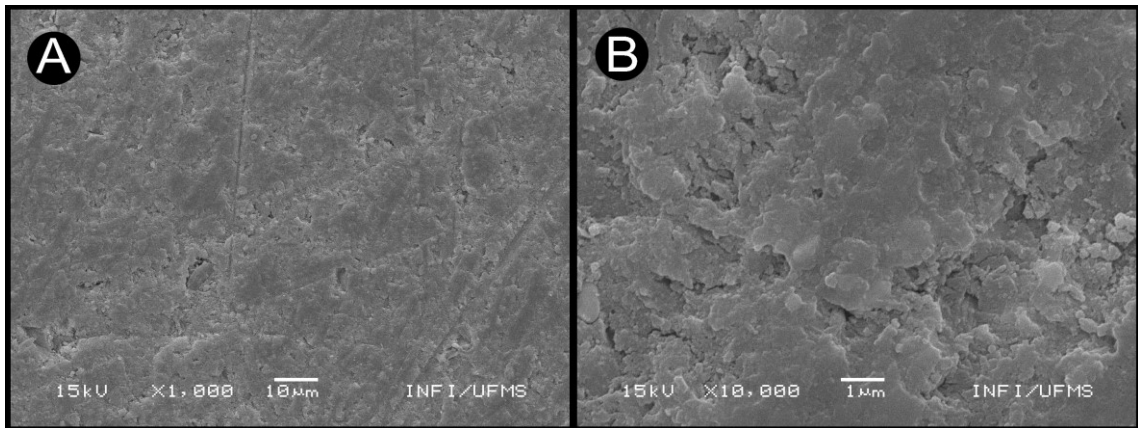


Figura 18 - Fotomicrografias eletrônicas de varredura do cimento Portland acrescido de óxido de Bismuto (grupo 6). A) imagem produzida com 1.000x de magnificação; B) imagem produzida com 10.000x de magnificação. As setas mostram microcanais.

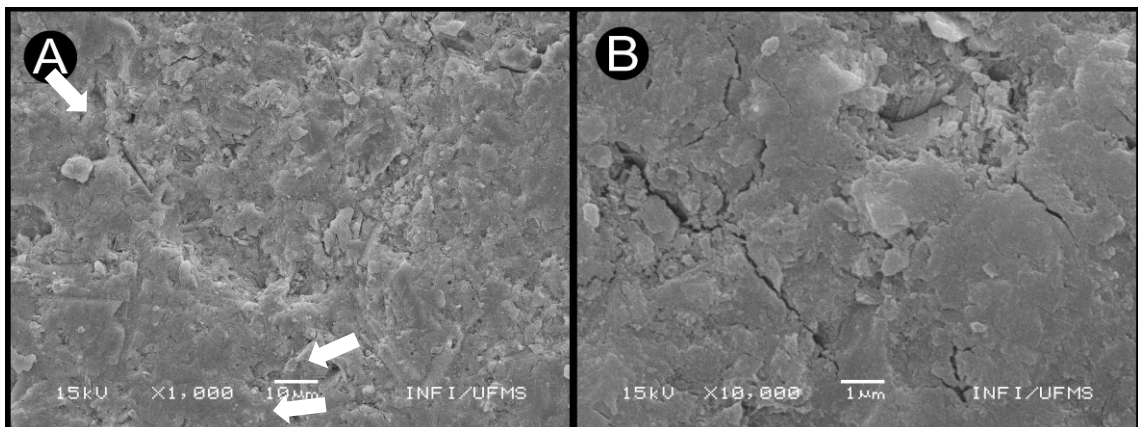
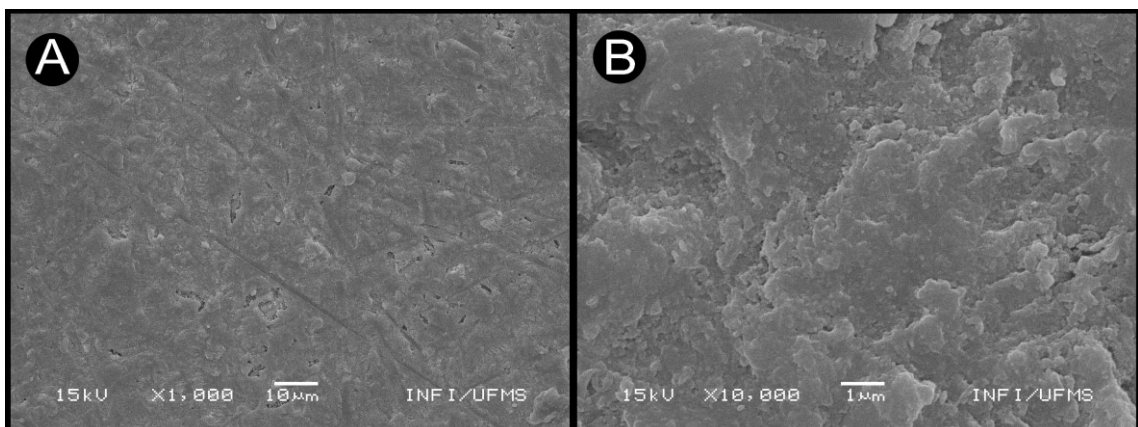


Figura 19 - Fotomicrografias eletrônicas de varredura do Biodentine™ (grupo 7). A) imagem produzida com 1.000x de magnificação; B) imagem produzida com 10.000x de magnificação.



As superfícies dos cimentos se apresentaram regulares e compactas em todos os grupos avaliados, com exceção dos grupos ST puro e Portland+Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> que apresentaram as superfícies irregulares e com presença de microcanais.

## 5.2 Bioatividade

As análises por MEV e EDX evidenciaram a formação de uma camada cristalina envolvendo as partículas dos materiais testados, contendo altas concentrações de Ca e P, e em alguns casos Mg. Esta composição, típica da hidroxiapatita, evidencia a bioatividade dos materiais após 7 dias de imersão em SBF.

A morfologia desta camada apresentava-se como favos-de-mel (*honeycomb*) em todos os grupos, com exceção do constituído por Portland+Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, que mostrou esferas de menor tamanho e mais densas. A análise por EDX evidencia uma baixa concentração de magnésio neste grupo em comparação aos outros cimentos experimentais testados.

As fotomicrografias e análises por EDX dos grupos com tempo experimental de 7 dias são reproduzidas nas Figuras 20 a 33.

Figura 20 - Fotomicrografias eletrônicas de varredura do pó do silicato tricálcico puro (grupo 1), após 7 dias em SBF. A) imagem produzida com 2.000x de magnificação; B) imagem produzida com 10.000x de magnificação.

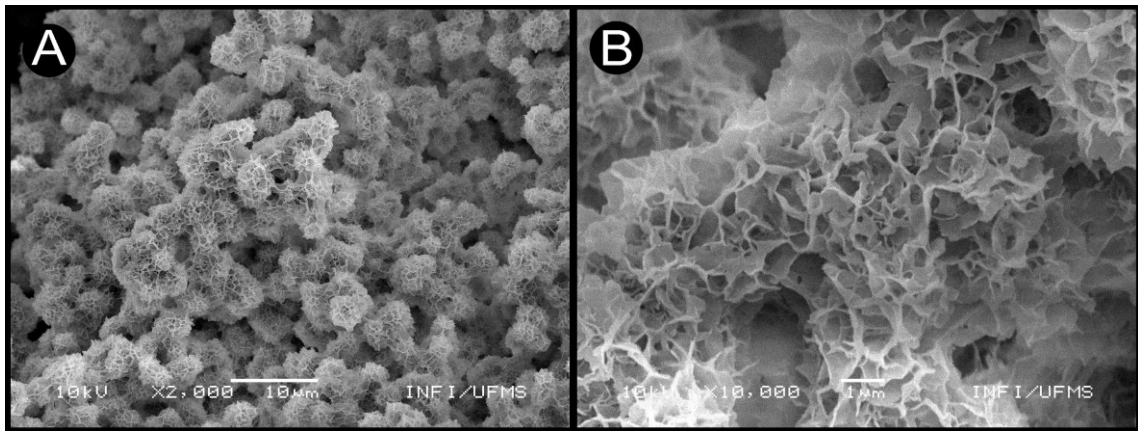


Figura 21 - Gráfico do espectro e tabela de elementos de EDX do silicato tricálcico puro (grupo 1) após 7 dias em SBF.

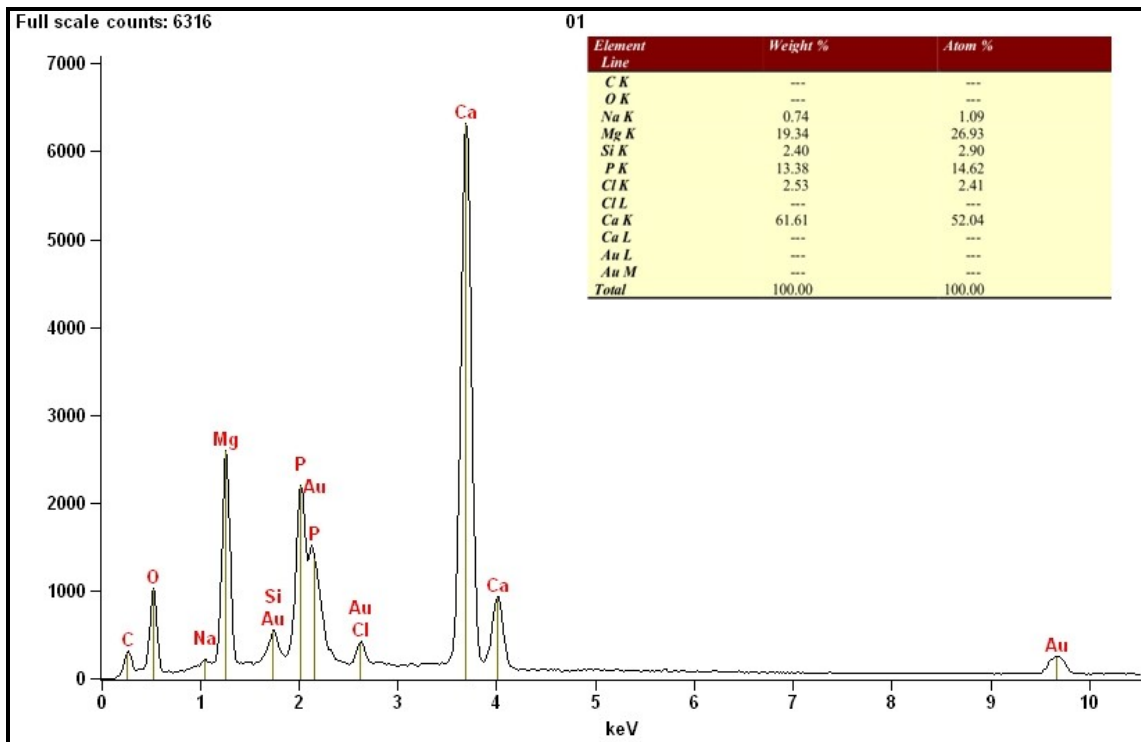


Figura 22 - Fotomicrografias eletrônicas de varredura do silicato tricálcico acrescido de óxido de bismuto (grupo 2), após 7 dias em SBF. A) imagem produzida com 2.000x de magnificação; B) imagem produzida com 10.000x de magnificação.

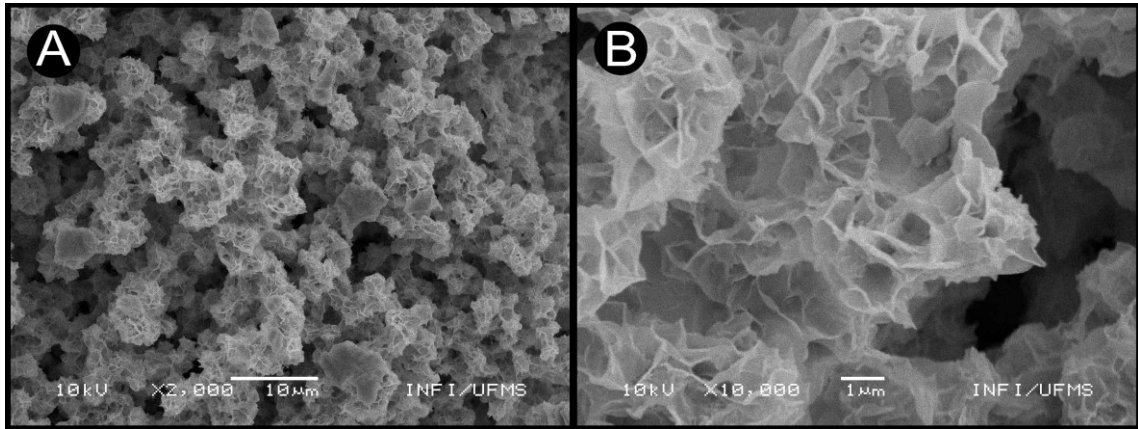


Figura 23 - Gráfico do espectro e tabela de elementos de EDX do silicato tricálcico acrescido de óxido de bismuto (grupo 2) após 7 dias em SBF.

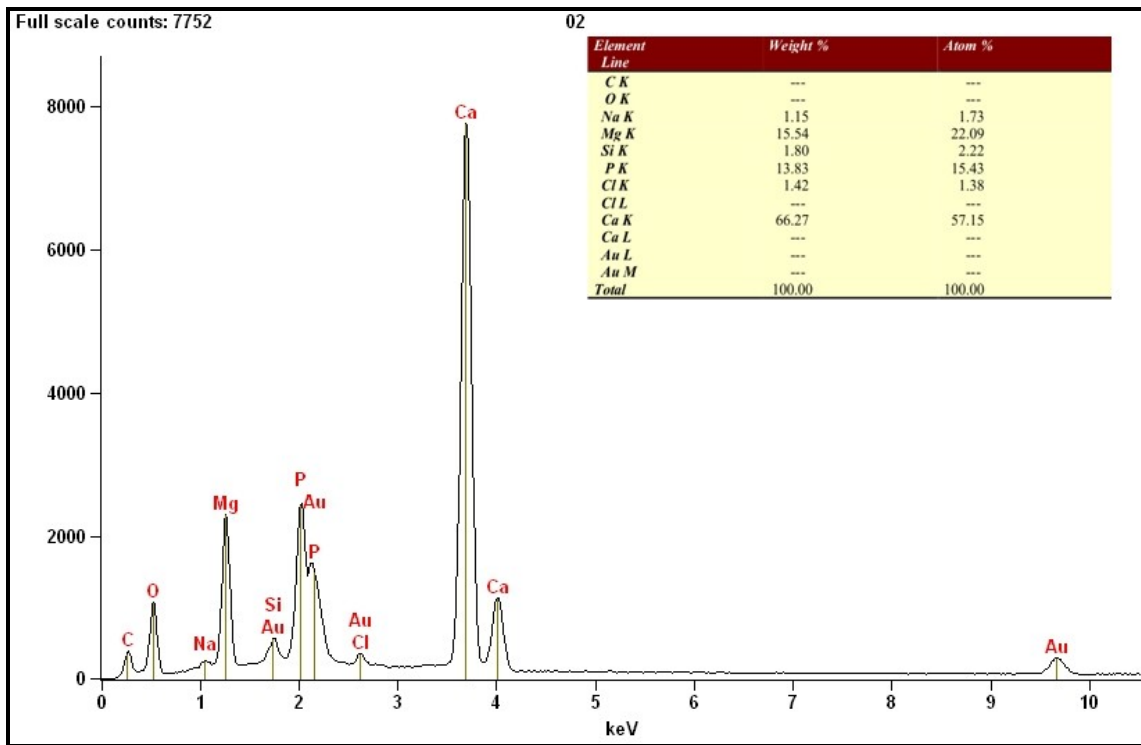




Figura 24 - Fotomicrografias eletrônicas de varredura do silicato tricálcico acrescido de dióxido de zircônio (grupo 3), após 7 dias em SBF. A) imagem produzida com 2.000x de magnificação; B) imagem produzida com 10.000x de magnificação.

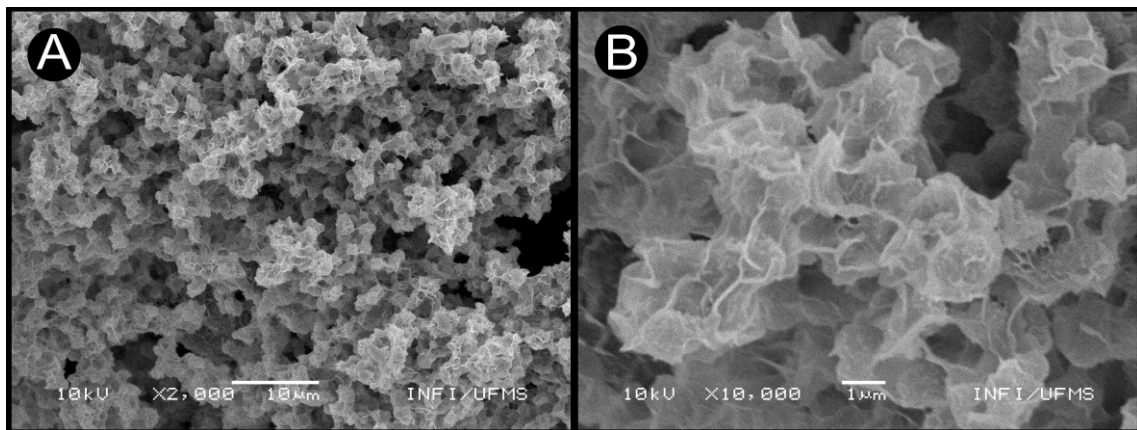


Figura 25 - Gráfico do espectro e tabela de elementos de EDX do silicato tricálcico acrescido de dióxido de zircônio (grupo 3) após 7 dias em SBF.

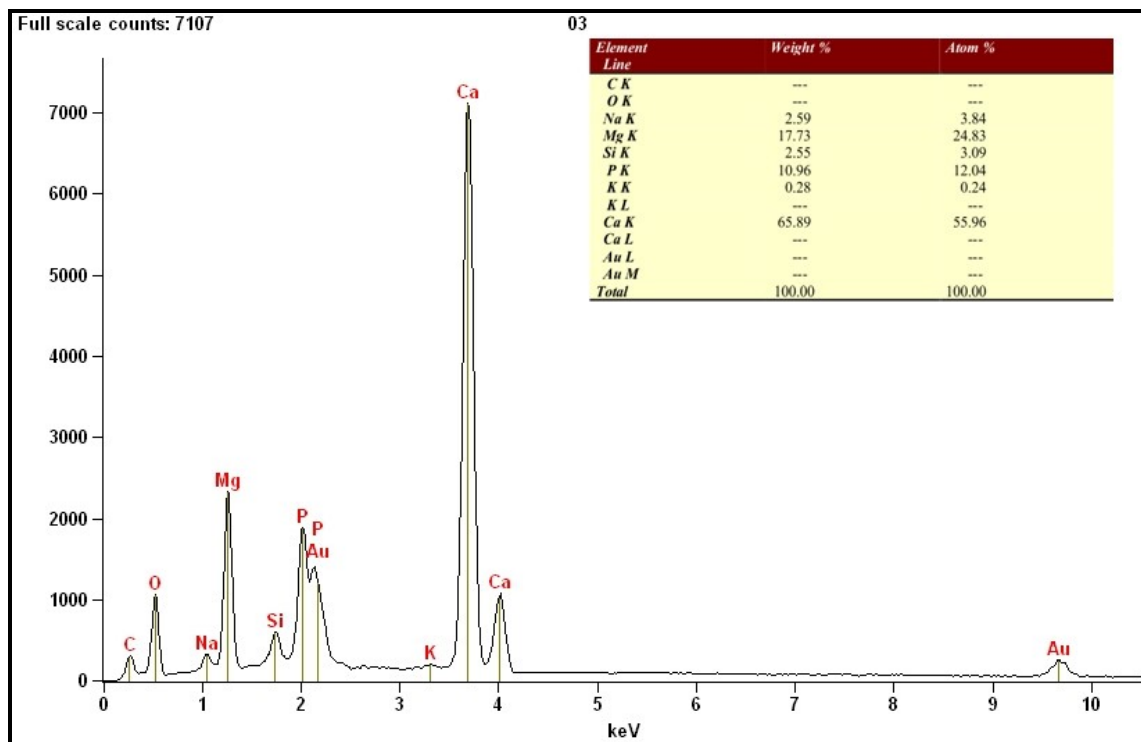


Figura 26 - Fotomicrografias eletrônicas de varredura do silicato tricálcico acrescido de subcarbonato de bismuto (grupo 4), após 7 dias em SBF. A) imagem produzida com 2.000x de magnificação; B) imagem produzida com 10.000x de magnificação.

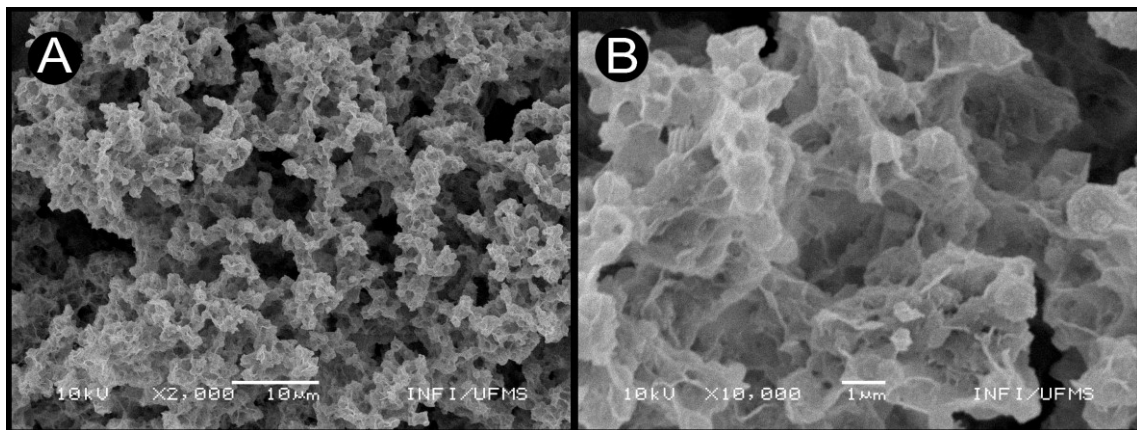


Figura 27 - Gráfico do espectro e tabela de elementos de EDX do silicato tricálcico acrescido de subcarbonato de bismuto (grupo 4), após 7 dias em SBF.

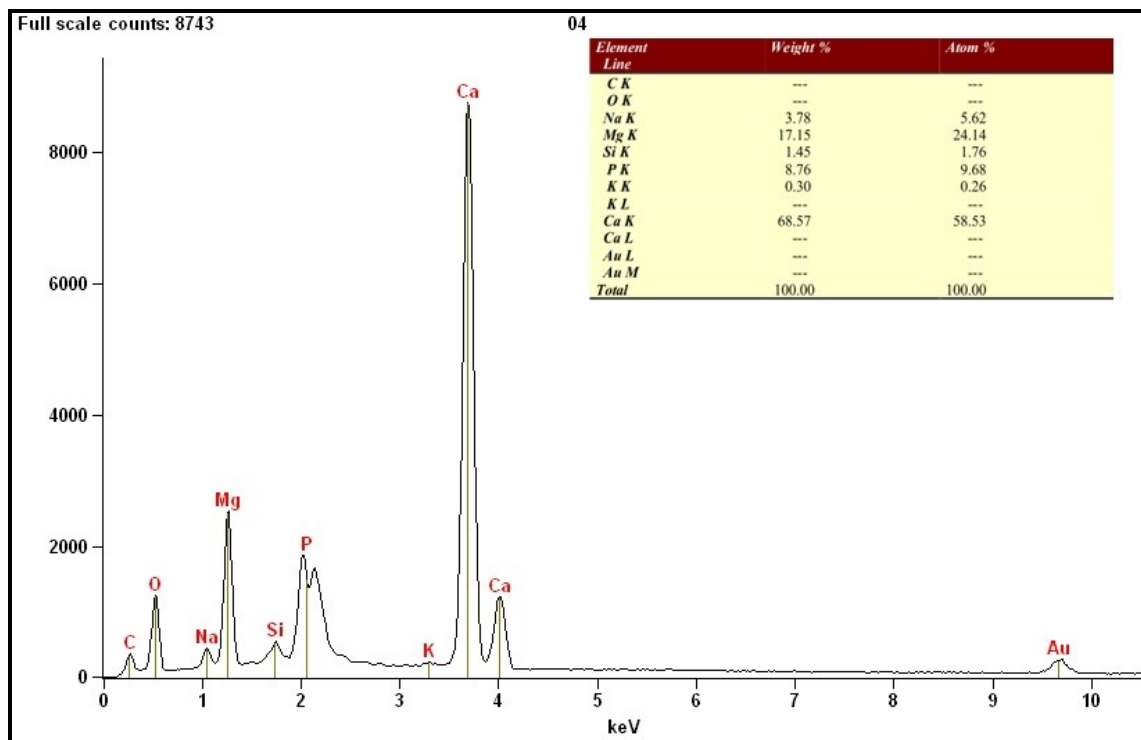




Figura 28 - Fotomicrografias eletrônicas de varredura do silicato tricálcico acrescido de sulfato de bário (grupo 5), após 7 dias em SBF. A) imagem produzida com 2.000x de magnificação; B) imagem produzida com 10.000x de magnificação.

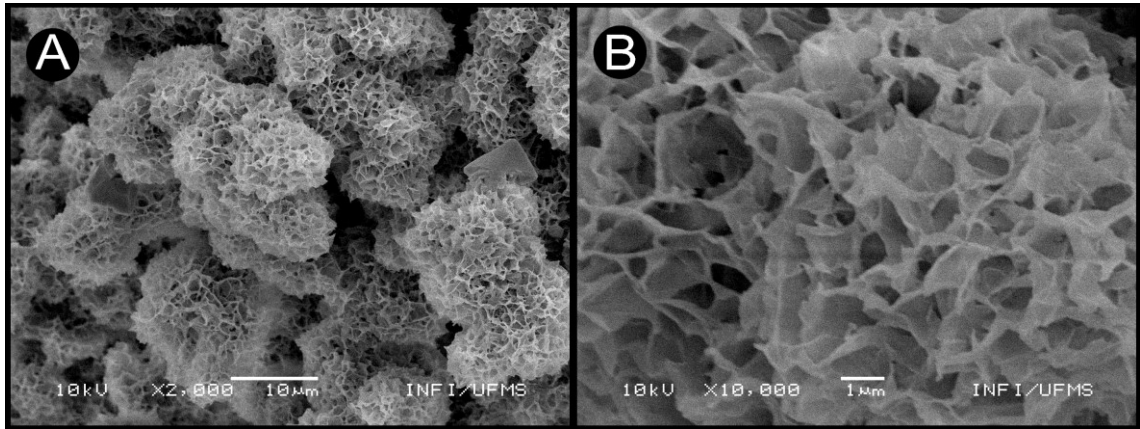


Figura 29 - Gráfico do espectro e tabela de elementos de EDX do silicato tricálcico acrescido de sulfato de bário (grupo 5), após 7 dias em SBF.

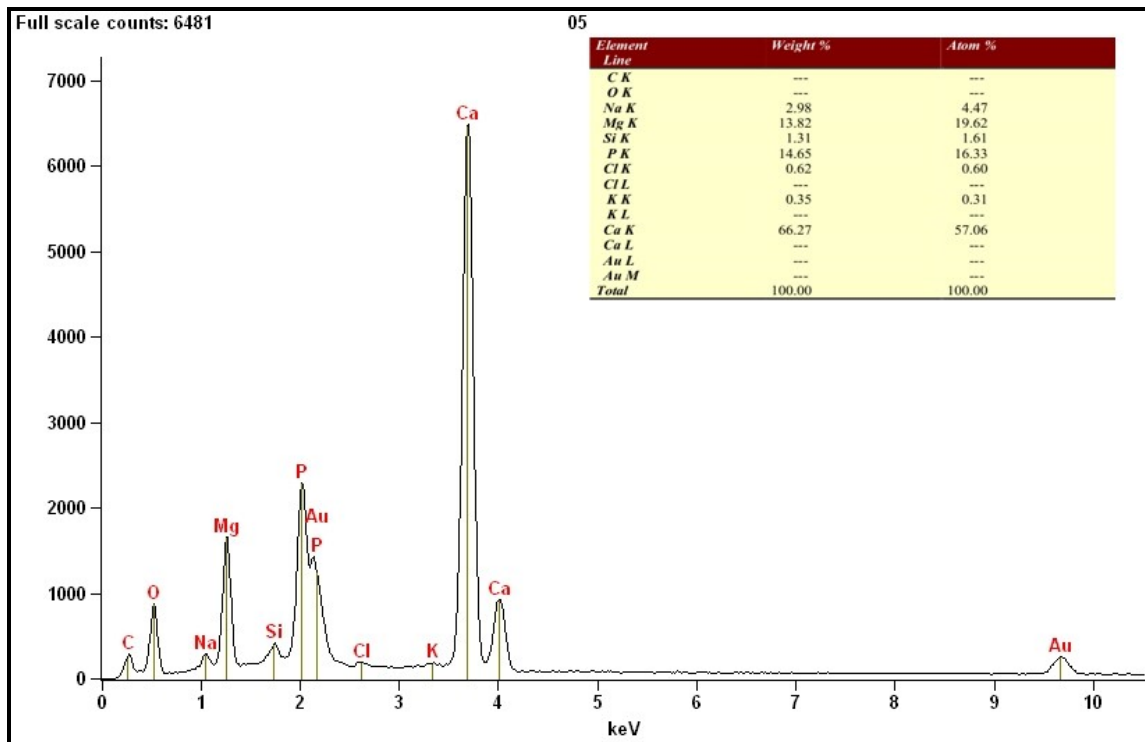


Figura 30 - Fotomicrografias eletrônicas de varredura do cimento Portland acrescido de óxido de bismuto (grupo 6), após 7 dias em SBF. A) imagem produzida com 2.000x de magnificação; B) imagem produzida com 10.000x de magnificação.

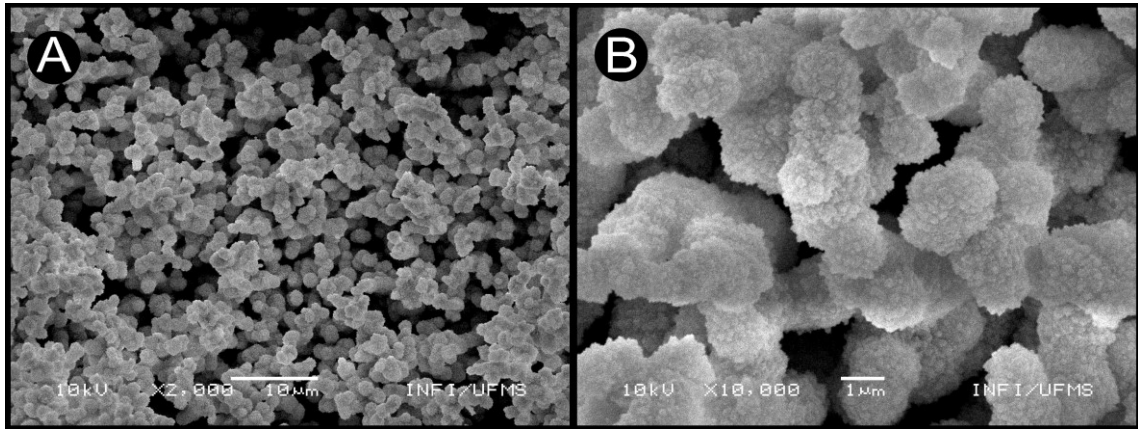


Figura 31 - Gráfico do espectro e tabela de elementos de EDX do cimento Portland acrescido de óxido de bismuto (grupo 6), após 7 dias em SBF.

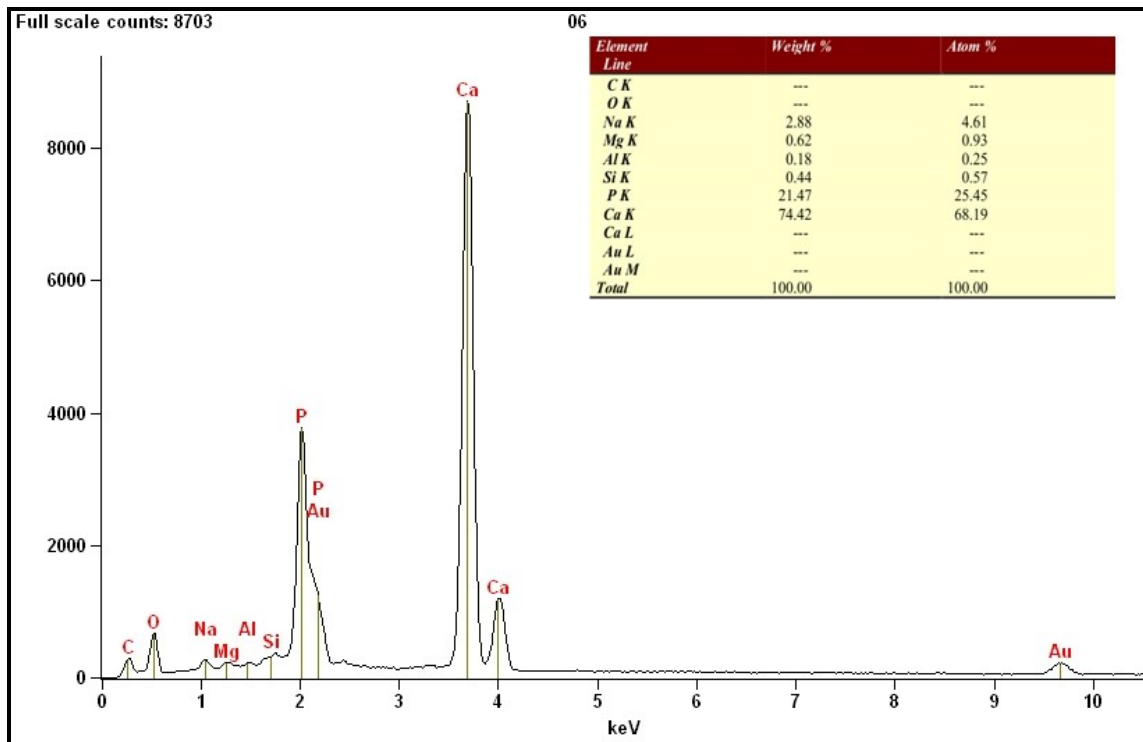


Figura 32 - Fotomicrografias eletrônicas de varredura do Biodentine™ (grupo 7), após 7 dias em SBF. A) imagem produzida com 2.000x de magnificação; B) imagem produzida com 10.000x de magnificação.

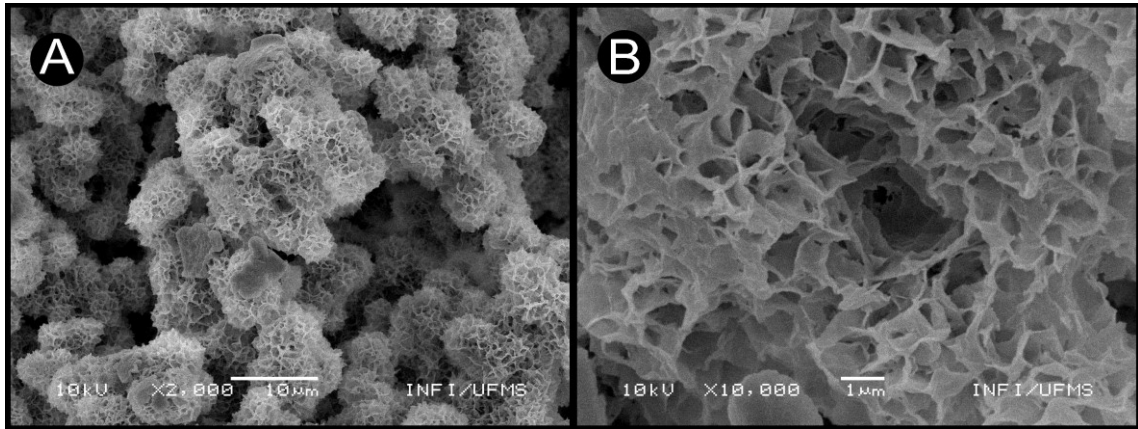
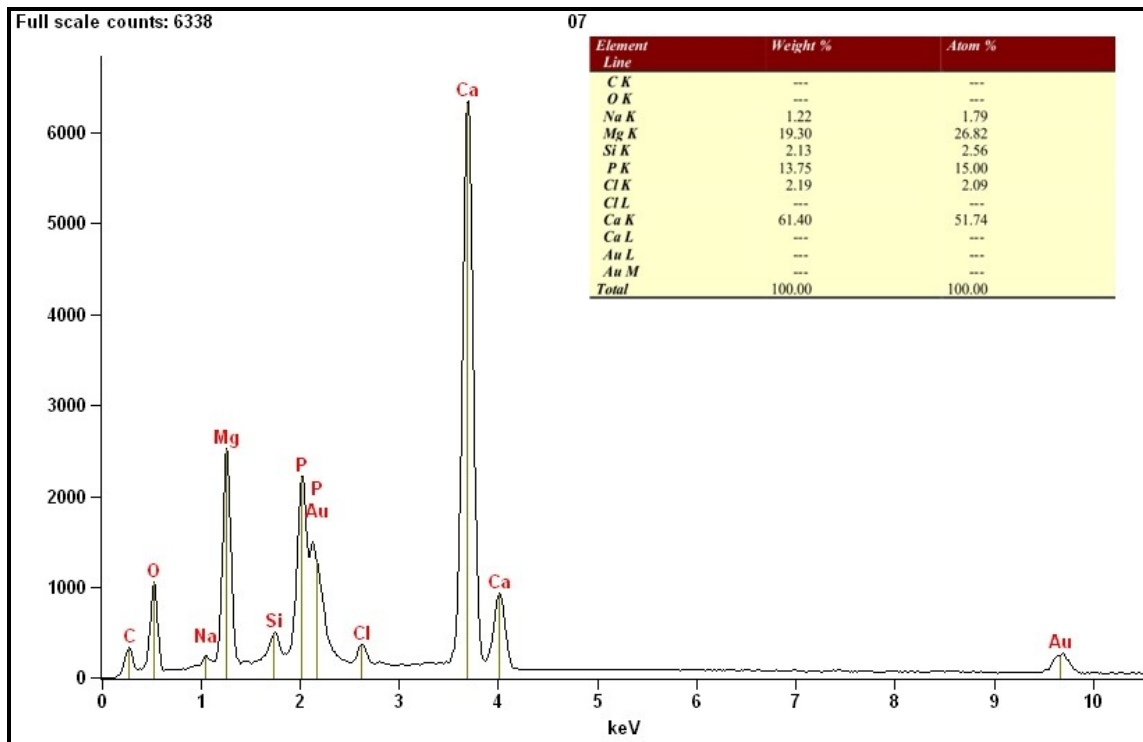


Figura 33 - Gráfico do espectro e tabela de elementos de EDX do Biodentine™ (grupo 7), após 7 dias em SBF.



As fotomicrografias e análises por EDX dos grupos com tempo experimental de 28 dias são reproduzidas nas Figuras 34 a 47.

Figura 34 - Fotomicrografias eletrônicas de varredura do pó do silicato tricálcico puro (grupo 1) com 28 dias em SBF. A) imagem produzida com 2.000x de magnificação; B) imagem produzida com 10.000x de magnificação.

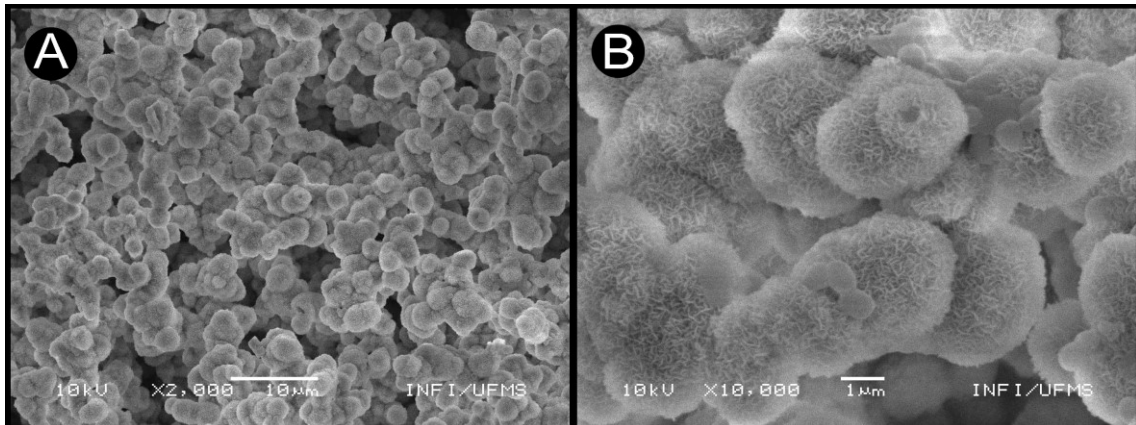


Figura 35 - Gráfico do espectro e tabela de elementos de EDX do silicato tricálcico puro (grupo 1) com 28 dias em SBF.

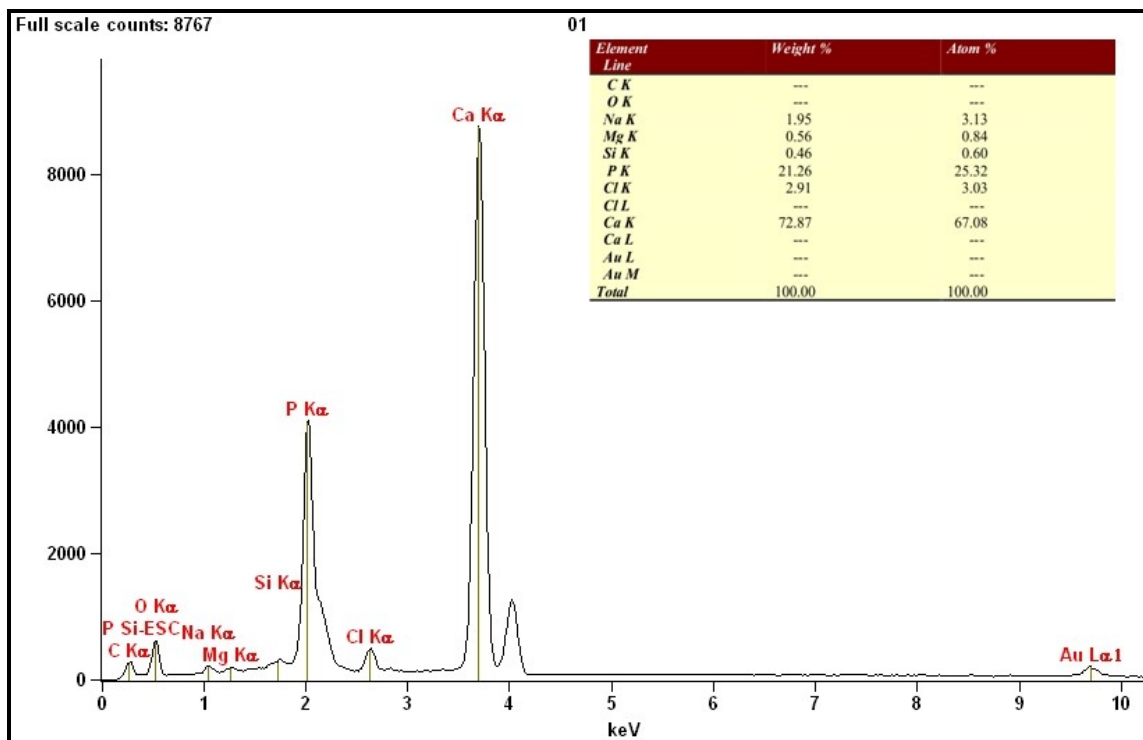




Figura 36 - Fotomicrografias eletrônicas de varredura do silicato tricálcico acrescido de óxido de bismuto (grupo 2) com 28 dias em SBF. A) imagem produzida com 2.000x de magnificação; B) imagem produzida com 10.000x de magnificação.

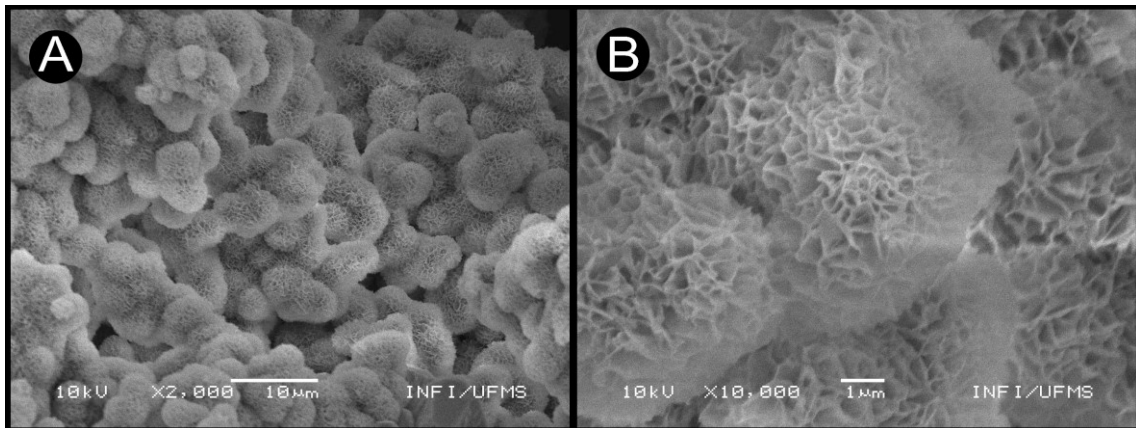


Figura 37 - Gráfico do espectro e tabela de elementos de EDX do silicato tricálcico acrescido de óxido de bismuto (grupo 2) com 28 dias em SBF.

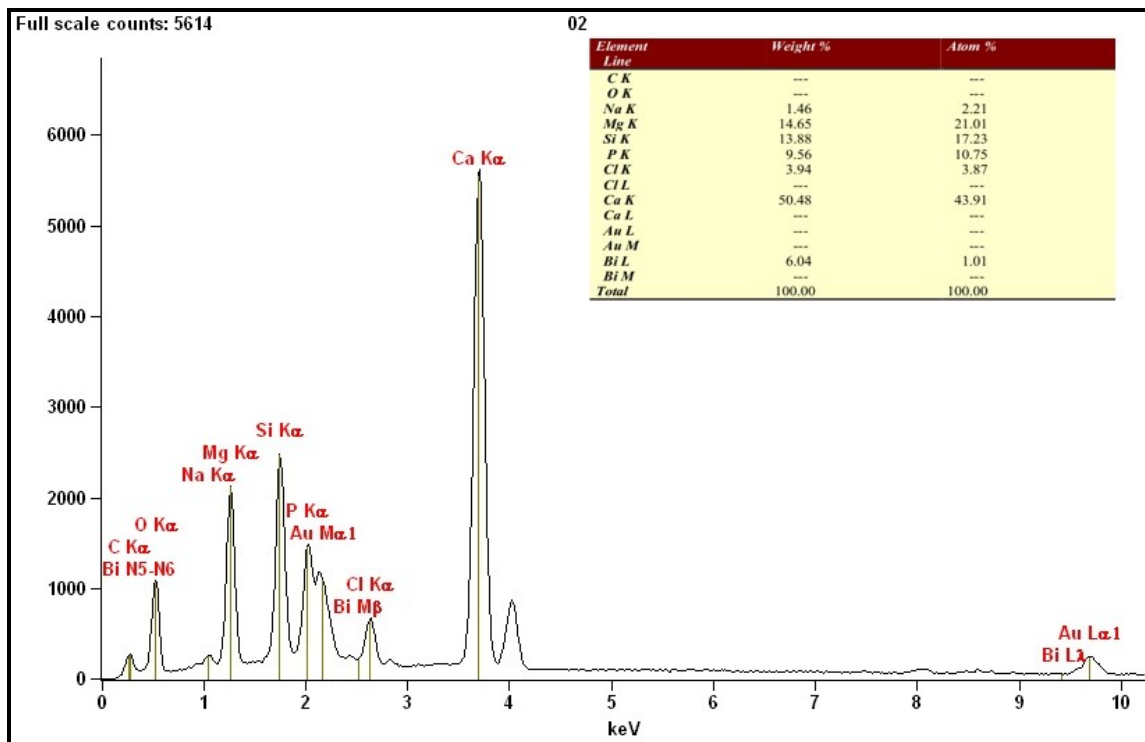


Figura 38 - Fotomicrografias eletrônicas de varredura do silicato tricálcico acrescido de dióxido de zircônio (grupo 3) com 28 dias em SBF. A) imagem produzida com 2.000x de magnificação; B) imagem produzida com 10.000x de magnificação.

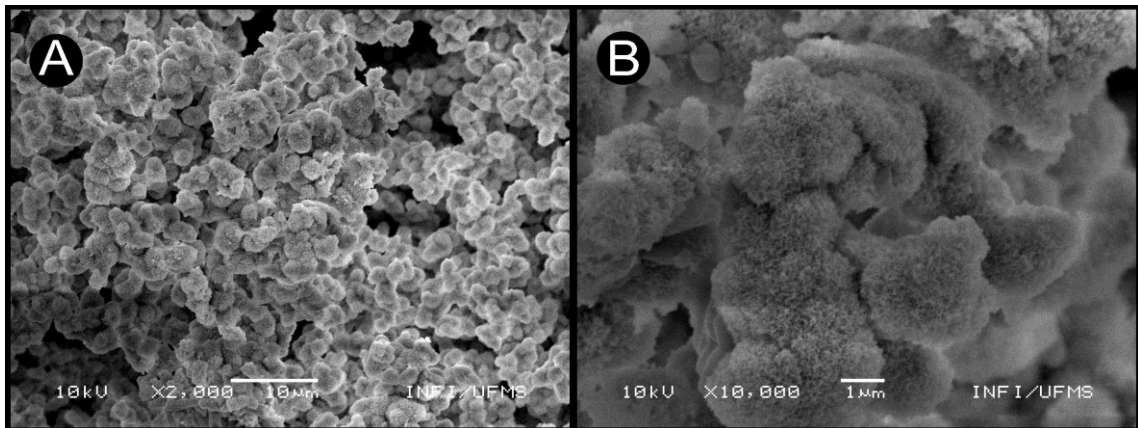


Figura 39 - Gráfico do espectro e tabela de elementos de EDX do silicato tricálcico acrescido de dióxido de zircônio (grupo 3) com 28 dias em SBF.

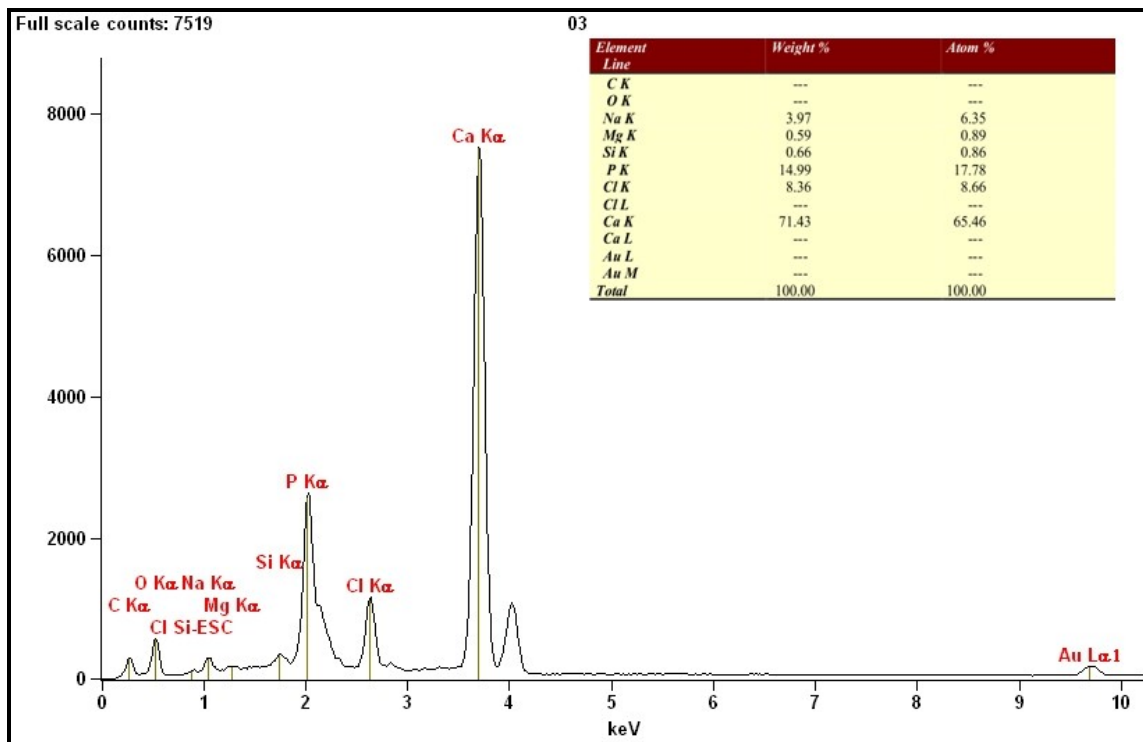


Figura 40 - Fotomicrografias eletrônicas de varredura do silicato tricálcico acrescido de subcarbonato de bismuto (grupo 4) com 28 dias em SBF. A) imagem produzida com 2.000x de magnificação; B) imagem produzida com 10.000x de magnificação.

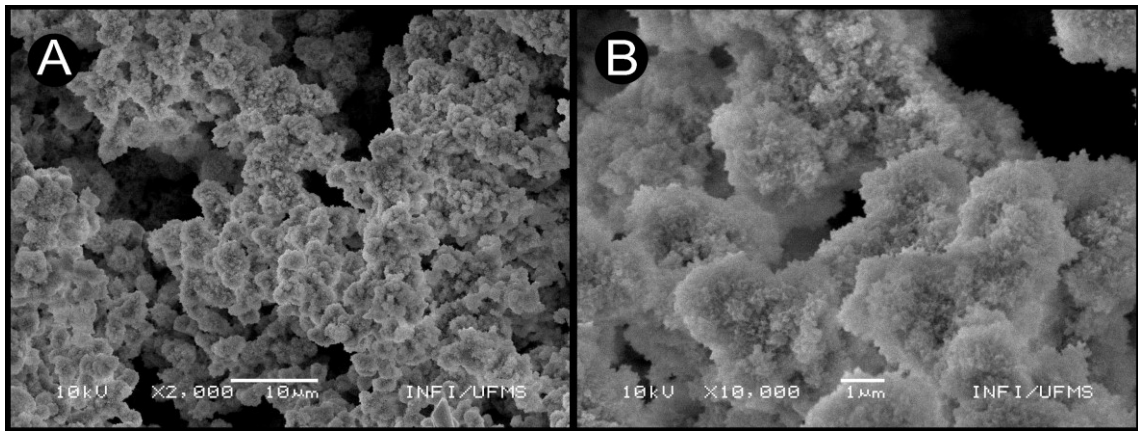


Figura 41 - Gráfico do espectro e tabela de elementos de EDX do silicato tricálcico acrescido de subcarbonato de bismuto (grupo 4) com 28 dias em SBF.

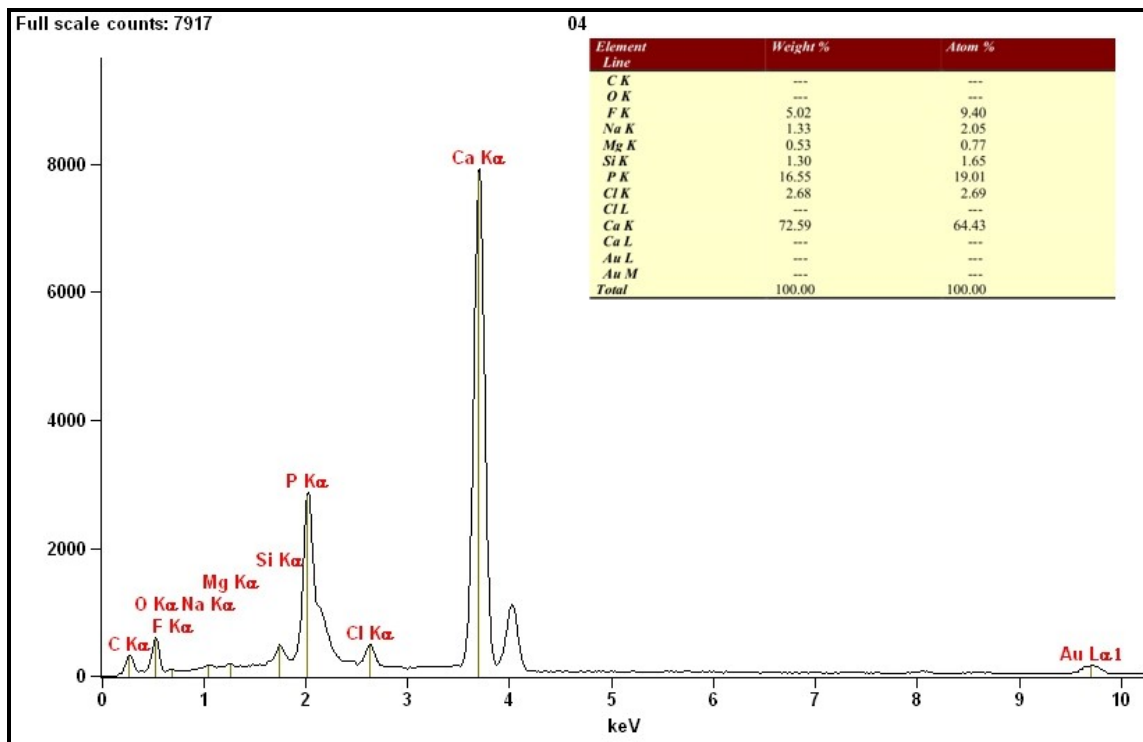


Figura 42 - Fotomicrografias eletrônicas de varredura do silicato tricálcico acrescido de sulfato de bário (grupo 5) com 28 dias em SBF. A) imagem produzida com 2.000x de magnificação; B) imagem produzida com 10.000x de magnificação.

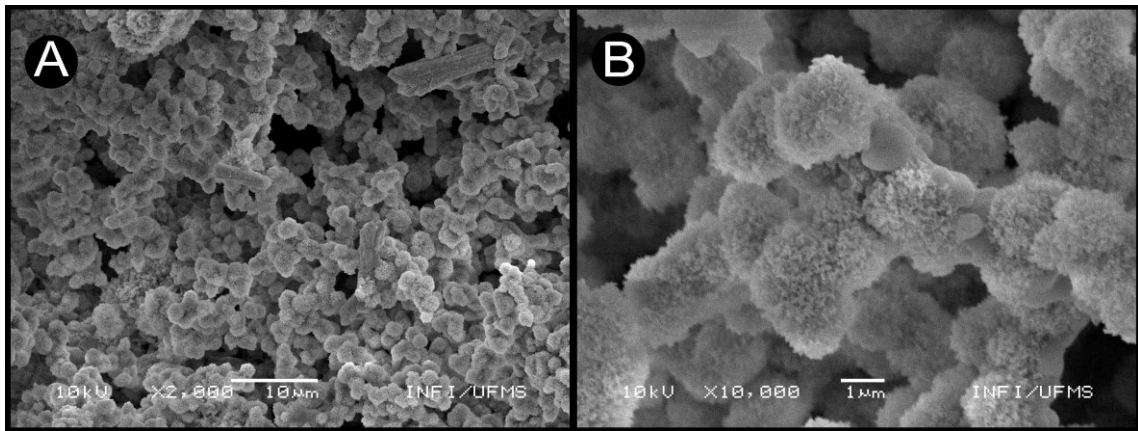


Figura 43 - Gráfico do espectro e tabela de elementos de EDX do silicato tricálcico acrescido de sulfato de bário (grupo 5) com 28 dias em SBF.

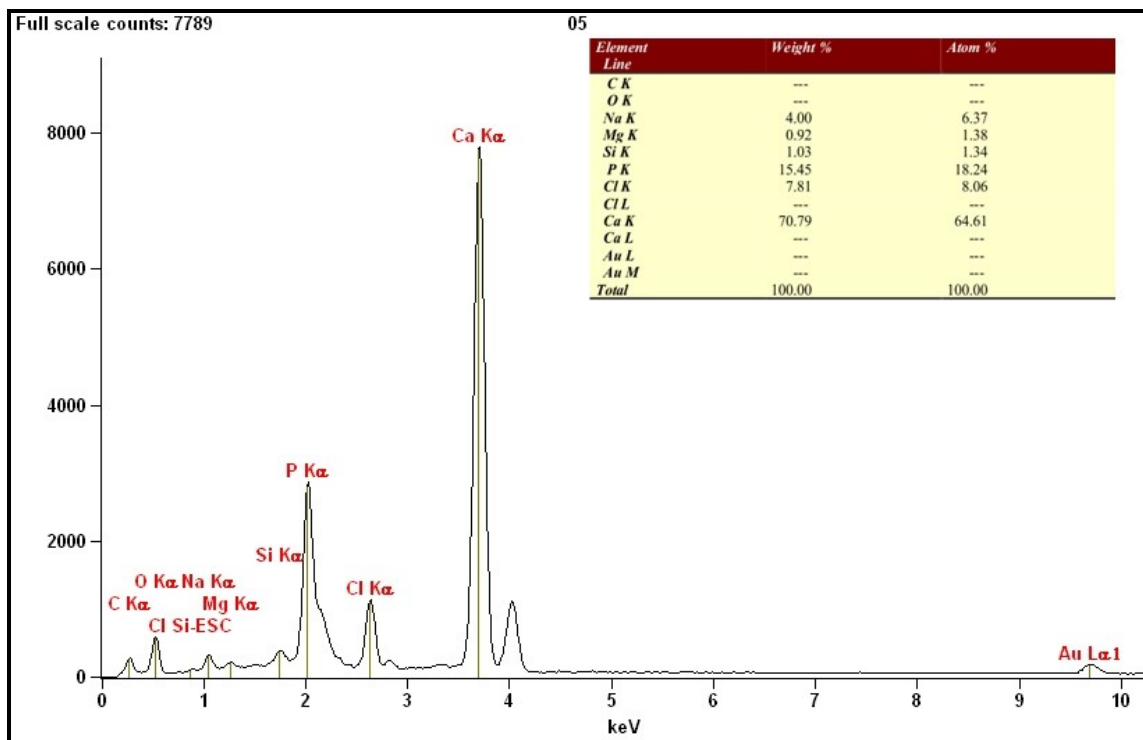




Figura 44 - Fotomicrografias eletrônicas de varredura do cimento Portland acrescido de óxido de bismuto (grupo 6) com 28 dias em SBF. A) imagem produzida com 2.000x de magnificação; B) imagem produzida com 10.000x de magnificação.

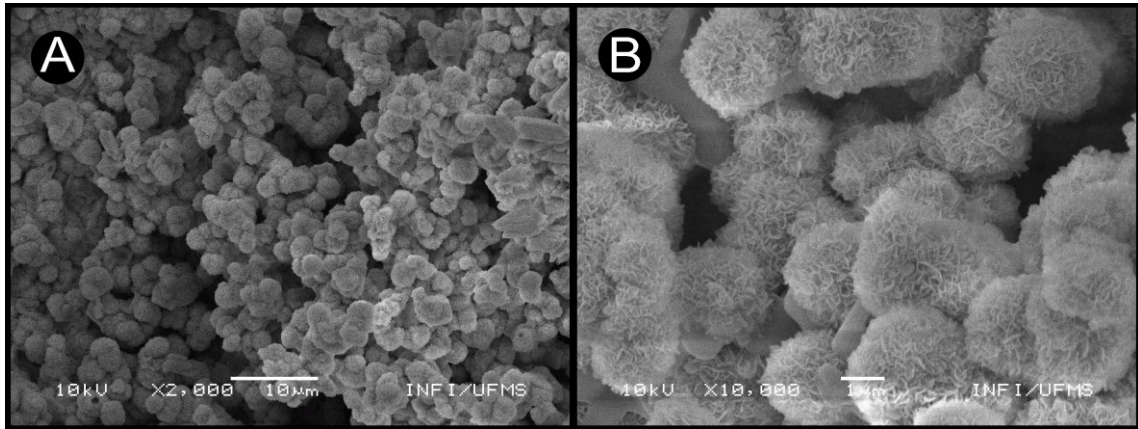


Figura 45 - Gráfico do espectro e tabela de elementos de EDX do cimento Portland acrescido de óxido de bismuto (grupo 6) com 28 dias em SBF.

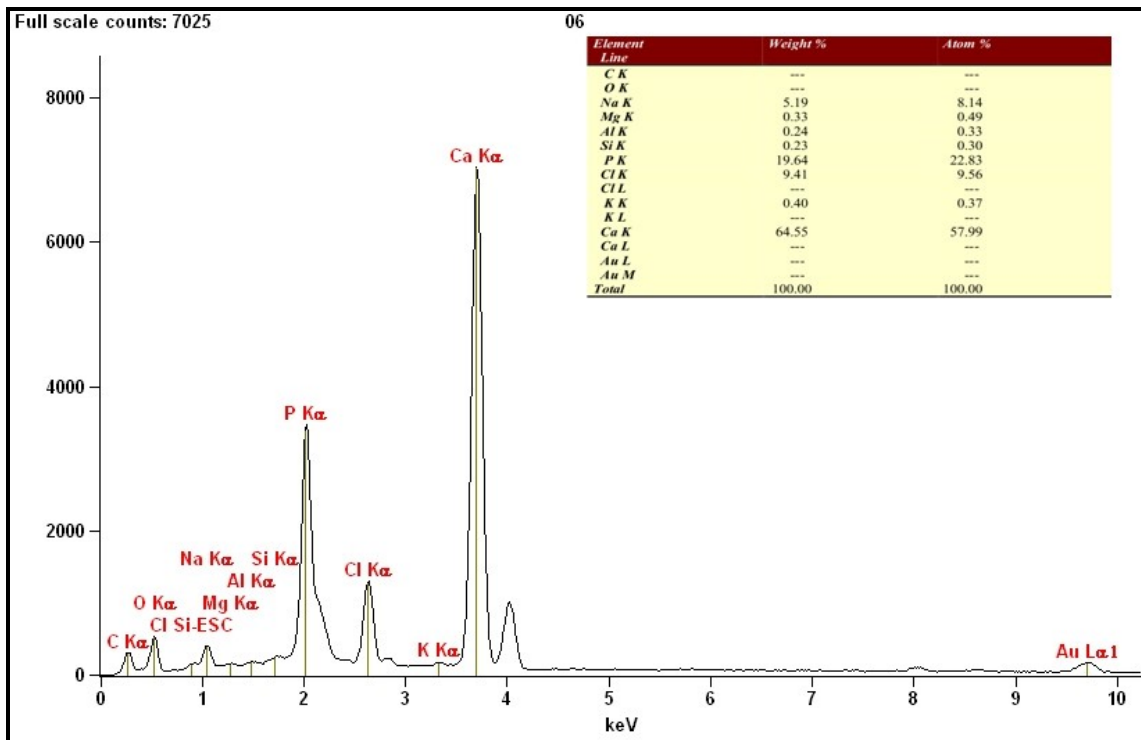


Figura 46 - Fotomicrografias eletrônicas de varredura do Biodentine™ (grupo 7) com 28 dias em SBF. A) imagem produzida com 2.000x de magnificação; B) imagem produzida com 10.000x de magnificação.

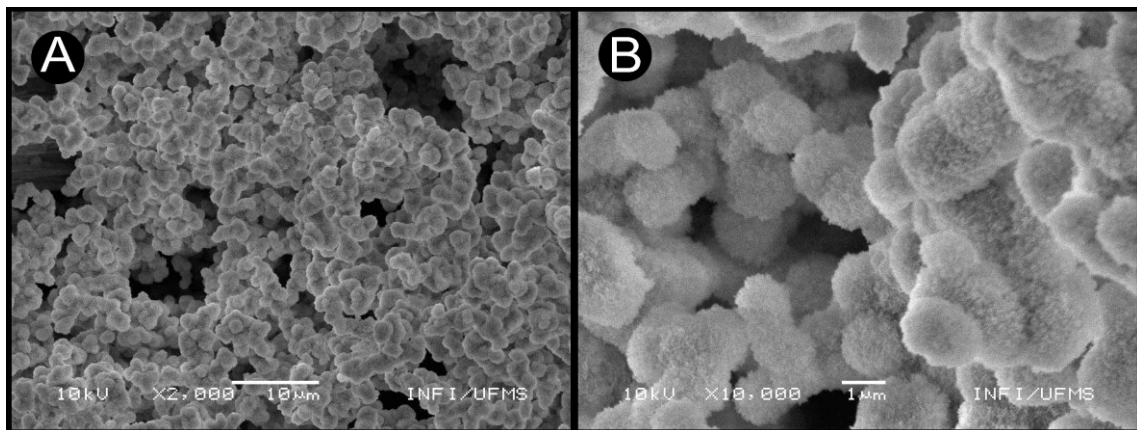
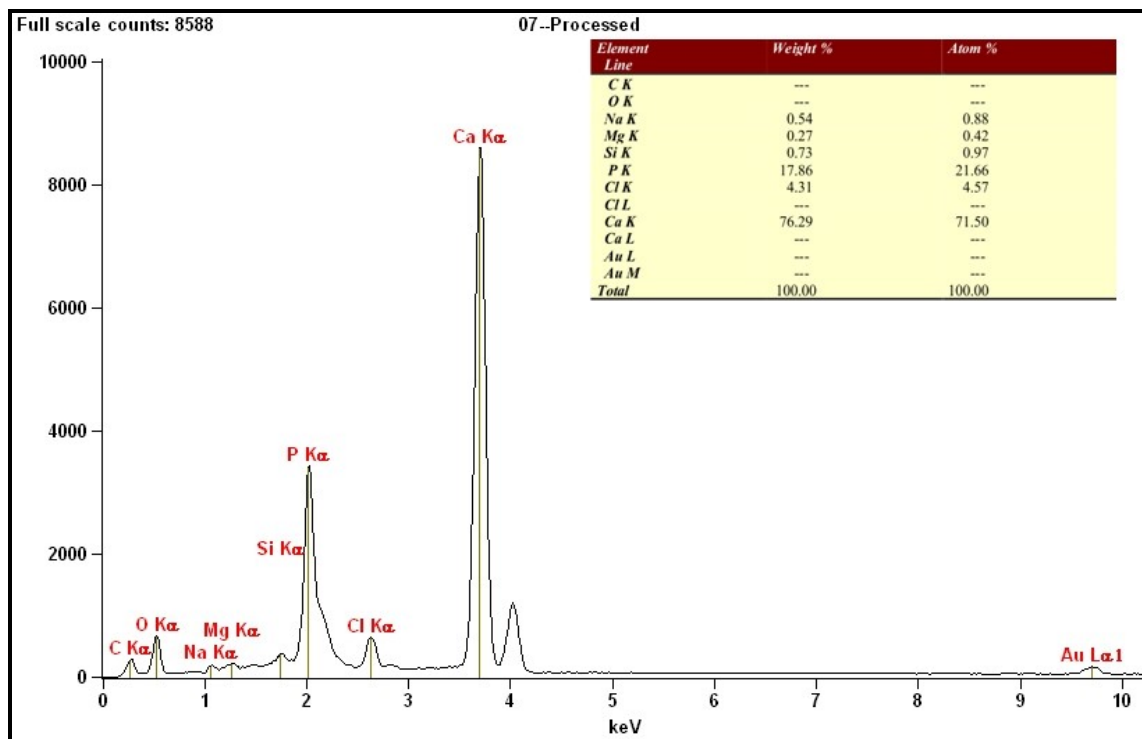


Figura 47 - Gráfico do espectro e tabela de elementos de EDX do Biodentine™ (grupo 7) com 28 dias em SBF.



Nos grupos condicionados por 28 dias em SBF, apenas o ST+Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> apresentou estruturas do tipo favo-de-mel com grandes lacunas, a exemplo do que foi observado no período experimental de 7 dias. Os demais grupos apresentaram camada de hidroxiapatita organizada em esferas de menor tamanho e mais densas na camada que recobria o material.

Houve uma redução da quantidade de magnésio detectada pelo EDX na camada de hidroxiapatita que recobria os materiais testados, com exceção dos grupos formados pelo ST+Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e Portland+Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, onde não houve variação significativa.

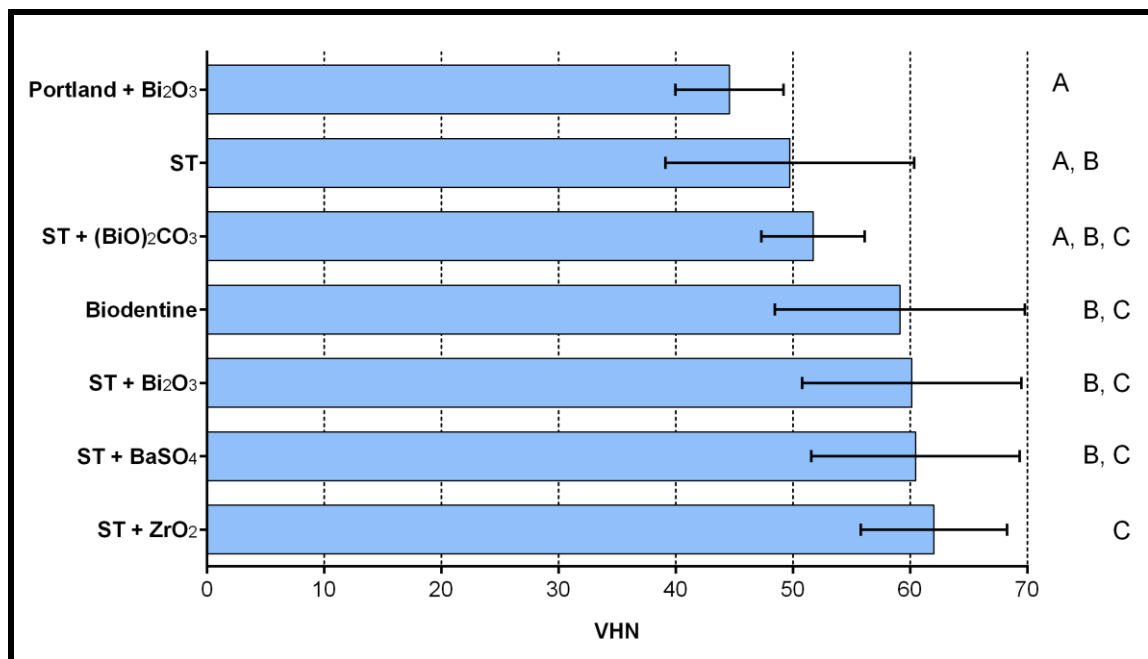
### 5.3 Microdureza superficial

Os resultados do teste de microdureza superficial dos diferentes grupos testados estão apresentados na Tabela 1. O Gráfico 15 ilustra os dados obtidos, onde letras distintas indicam diferenças estatisticamente significantes.

Tabela 1 – Média e desvio padrão de microdureza superficial dos grupos testados, expressos em VHN

	Cimentos						
	ST	ST+Bi <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	ST+ZrO <sub>2</sub>	ST+(BiO) <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	ST+BaSO <sub>4</sub>	Port+ Bi <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Biodentine™
Média	49,74	60,15	62,03	51,73	60,47	44,59	59,14
Desvio Padrão	10,62	9,350	6,238	4,405	8,896	4,606	10,67

Gráfico 1 - Média e desvio padrão de microdureza superficial dos grupos testados, expressos em VHN.



A adição de radiopacificadores não diminuiu a microdureza superficial do silicato tricálcico ( $p>0,05$ ) e, no caso da adição do  $ZrO_2$ , aumentou essa microdureza ( $p>0,05$ ). O cimento Portland acrescido de  $Bi_2O_3$  apresentou os menores valores de microdureza superficial, porém sem diferença significativa em relação ao silicato tricálcico puro e ao silicato tricálcico acrescido de bismuto ( $p>0,05$ ).

#### 5.4 Radiopacidade

Os resultados do teste de radiopacidade dos diferentes grupos testados estão apresentados na Tabela 2. O Gráfico 2 ilustra a análise por regressão linear dos valores obtidos, comparando-os com os do penetrômetro, enquanto o Gráfico 3 ilustra os dados obtidos, onde letras distintas indicam diferenças estatisticamente significantes.

Tabela 2 – Média e desvio padrão de radiopacidade dos grupos testados, expressos em mm/Al

	Cimentos						
	ST	ST+ $Bi_2O_3$	ST+ $ZrO_2$	ST+( $BiO$ ) $_2CO_3$	ST+ $BaSO_4$	Port+ $Bi_2O_3$	Biodentine™
Média	1,372	6,047	3,892	4,721	2,818	4,638	2,230
Desvio Padrão	0,074	0,047	0,307	0,310	0,163	0,586	0,096

Gráfico 2 - Regressão linear dos valores de radiopacidade dos grupos testados e do penetrômetro, expressos em mmAl.

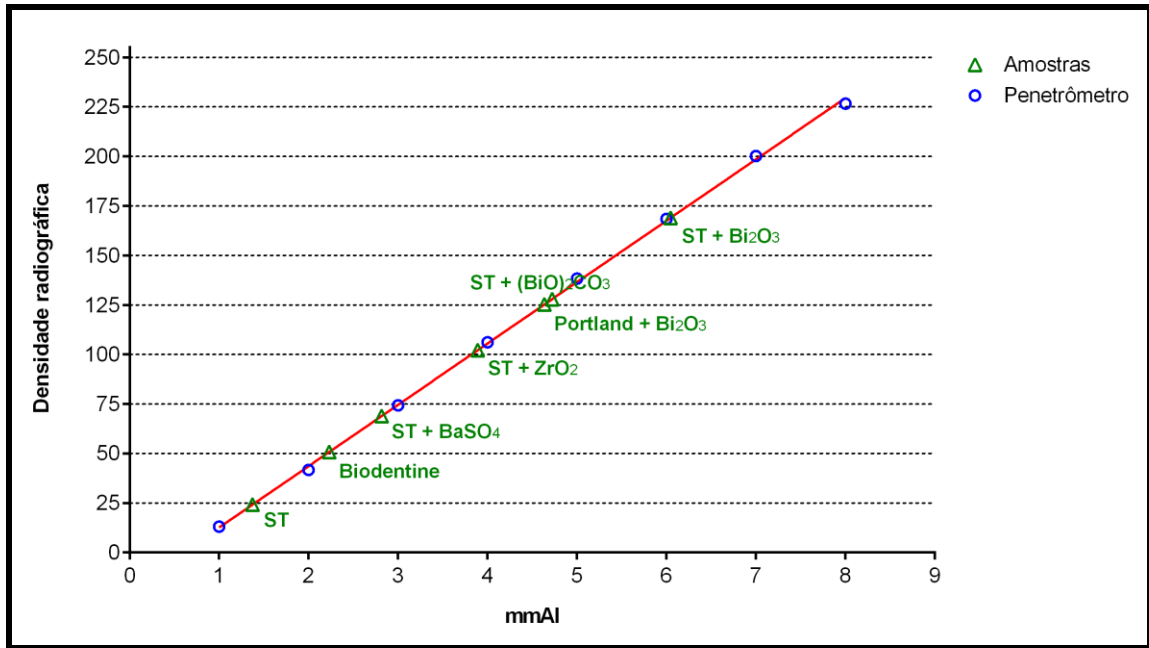
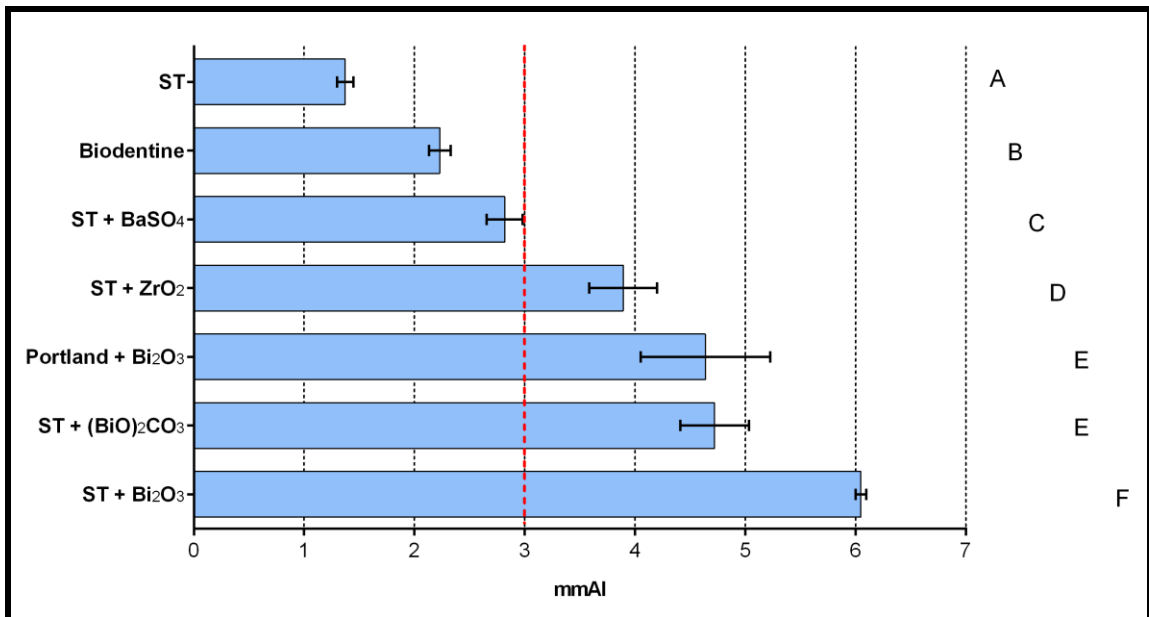


Gráfico 3 - Média e desvio padrão de radiopacidade dos grupos testados, expressos em mm/Al.



Todos os grupos tiveram diferenças estatisticamente significantes com relação à radiopacidade, com exceção do cimento Portland e do ST+(BiO)<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> (p>0,05). O menor valor em mmAl foi do ST, seguido pelo Biodentine™ e o ST+BaSO<sub>4</sub>, sendo esses abaixo do mínimo recomendado de 3mmAl (ISO 6876/2001). O maior valor de radiopacidade foi observado no ST+Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, com mais que o dobro do valor mínimo (p>0,05).

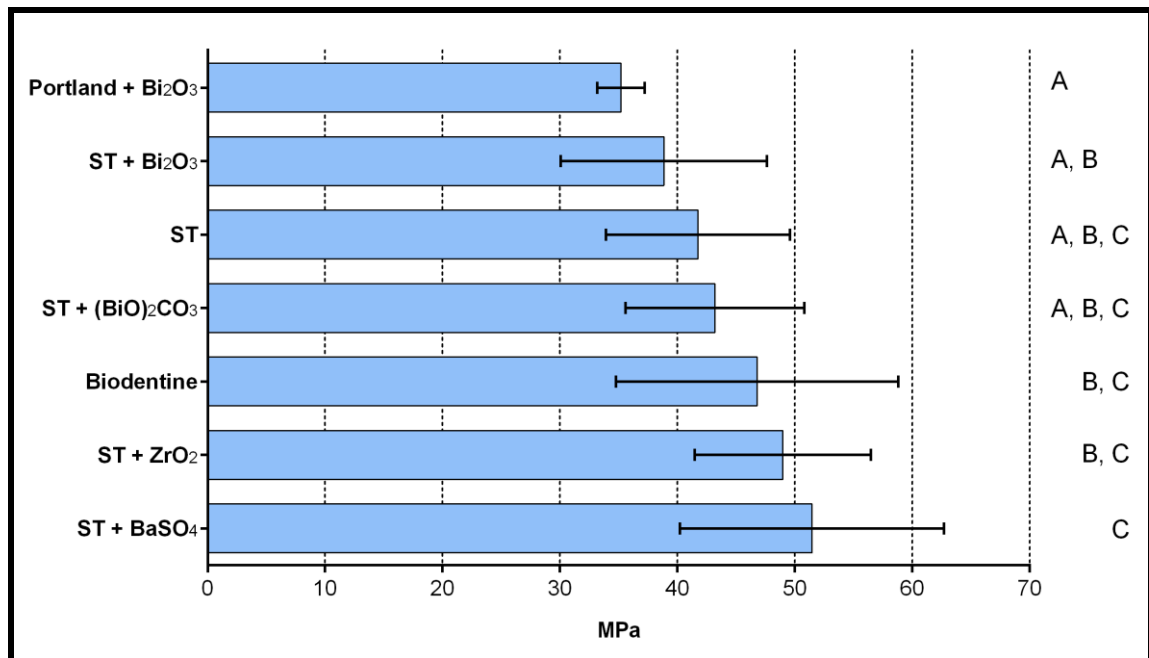
## 5.5 Resistência à compressão

Os resultados do teste de resistência a compressão dos diferentes grupos testados estão apresentados na Tabela 3. O Gráfico 4 ilustra os dados obtidos, onde letras distintas indicam diferenças estatisticamente significantes.

Tabela 3 – Média e desvio padrão de resistência à compressão dos grupos testados, expressos em Mpa

	Cimentos						
	ST	ST+Bi <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	ST+ZrO <sub>2</sub>	ST+(BiO) <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	ST+BaSO <sub>4</sub>	Port+Bi <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Biodentine™
Média	41,76	38,85	48,99	43,20	51,47	35,19	46,79
Desvio Padrão	7,846	8,782	7,495	7,609	11,25	2,008	12,02

Gráfico 4 - Média e desvio padrão de resistência à compressão dos grupos testados, expressos em MPa.



O menor valor de resistência à compressão foi dado pelo grupo Portland+Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e o maior valor observado foi do ST+BaSO<sub>4</sub> ( $p > 0,05$ ).

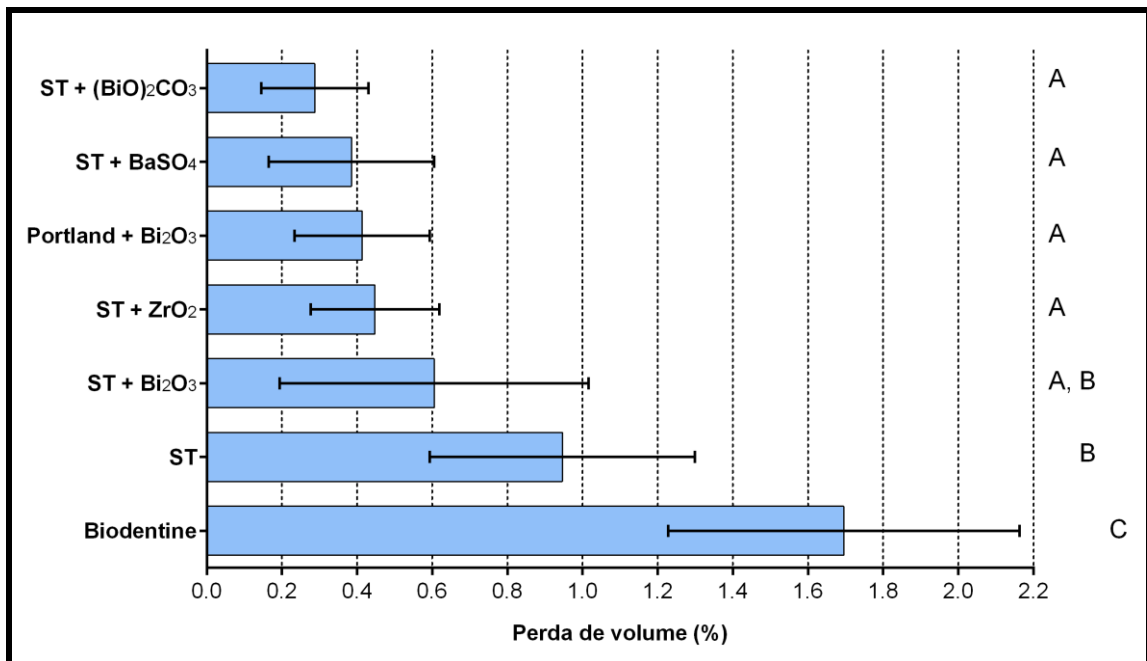
## 5.6 Solubilidade

Os resultados do teste de solubilidade dos diferentes grupos testados estão apresentados na Tabela 4. O Gráfico 5 ilustra os dados obtidos, onde letras distintas indicam diferenças estatisticamente significantes.

Tabela 4 – Média e desvio padrão de solubilidade dos grupos testados, expressos em porcentagem da perda de volume

	Cimentos						
	ST	ST+Bi <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	ST+ZrO <sub>2</sub>	ST+(BiO) <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	ST+BaSO <sub>4</sub>	Port+Bi <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Biodentine™
Média	0,9463	0,6050	0,4475	0,2875	0,3850	0,4138	1,695
Desvio Padrão	0,3527	0,4110	0,1709	0,1424	0,2201	0,1799	0,4674

Gráfico 5 - Média e desvio padrão de solubilidade dos grupos testados, expressos em porcentagem da perda de volume.



A solubilidade, mensurada de acordo com a perda de volume, foi maior para o Biodentine™ ( $p > 0,05$ ), seguido do ST e do ST+Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sem apresentar diferença entre esses dois últimos ( $p > 0,05$ ). O menor valor de solubilidade foi obtido pelo ST+(BiO)<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, porém, sem diferença estatística significativa com os grupos ST+Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>,

ST+BaSO<sub>4</sub>, ST+ZrO<sub>2</sub> e Portland+Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ( $p>0,05$ ). A normatização nº 57 da ANSI/ADA, preconiza para os cimentos endodônticos, o valor máximo de 3% de perda de massa. Nenhum dos cimentos testados apresentaram valores de solubilidade maiores que o preconizado pela normatização.

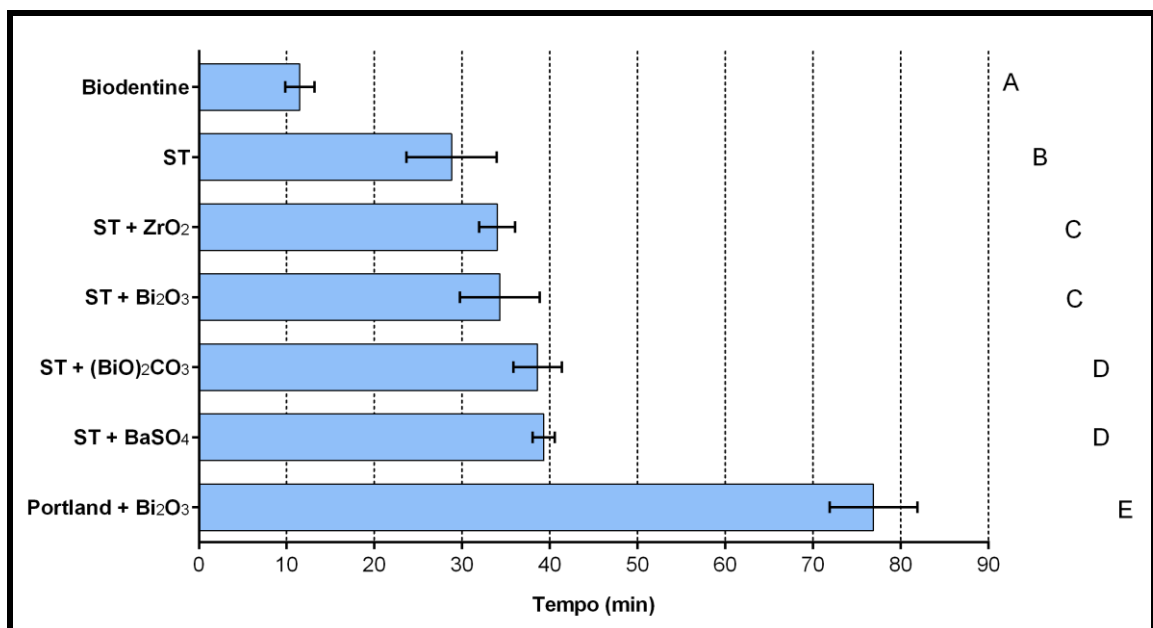
### 5.7 Tempo de presa inicial

Os resultados do teste de tempo de presa inicial dos diferentes grupos testados estão apresentados na Tabela 5. O Gráfico 6 ilustra os dados obtidos, onde letras distintas indicam diferenças estatisticamente significantes.

Tabela 5 – Média e desvio padrão do tempo de presa inicial dos grupos testados, expressos em minutos

	Cimentos						
	ST	ST+Bi <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	ST+ZrO <sub>2</sub>	ST+(BiO) <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	ST+BaSO <sub>4</sub>	Port+Bi <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Biodentine™
Média	28,80	34,30	34,00	38,60	39,30	76,90	11,50
Desvio Padrão	5,138	4,547	2,055	2,757	1,252	4,999	1,650

Gráfico 6 - Média e desvio padrão do tempo de presa inicial dos grupos testados, expressos em minutos.





O menor valor de tempo de presa inicial foi dado pelo Biodentine, seguido pelo ST ( $p>0,05$ ). A adição de  $ZrO_2$  e  $Bi_2O_3$  foram semelhantes e menores que  $(BiO)_2CO_3$  e  $BaSO_4$  também semelhantes entre si ( $p>0,05$ ). O maior tempo de presa foi apresentado pelo grupo Portland+ $Bi_2O_3$  ( $p>0,05$ ).

## 6 DISCUSSÃO

O ST começou a ser pesquisado como material odontológico em 2008 (WANG et al. 2008), sendo lançado comercialmente no ano seguinte sob o nome de Biodentine™. Este cimento à base de ST é produzido em laboratório de forma padronizada a partir de matérias primas quimicamente puras, obtendo-se um biomaterial mais estável após sua hidratação, com o tempo de presa mais curto e propriedades mecânicas aprimoradas em relação ao MTA (MALKONDU et al. 2014).

Embora tanto o MTA quanto o Biodentine™ possam ser classificados como cimentos hidráulicos à base de silicato (DARVELL E WU 2011), suas composições mostram-se bastante distintas (CARONNA et al. 2014, ELNAGHY et al. 2014, KAUP et al. 2015). O Biodentine™ não só apresenta um maior conteúdo de ST quando comparado ao MTA, em detrimento de outros compostos neste último, mas também o agente radiopacificador presente no primeiro foi alterado para o dióxido de zircônio, em comparação ao óxido de bismuto presente no MTA (CAMILLERI et al. 2013a, KAUP et al. 2015). Embora o Biodentine™ apresente menor tempo de presa e maior resistência à compressão quando comparado ao MTA, sua radiopacidade é relatada por muitos autores como sendo inferior ao limite mínimo preconizado pela norma ISO nº 6876/2001, ou seja, o equivalente a uma espessura de 3 mm de alumínio (TANALP et al. 2013, KAUP et al. 2015).

A adição de agentes radiopacificadores alternativos ao ST mostrou resultados discordantes na literatura (FORMOSA et al., 2012a, FORMOSA et al. 2012b, GRECH et al. 2012, GRECH et al. 2013, CAMILLERI et al. 2013<sup>a</sup>, XUEREB et al. 2015), sendo que o ideal seria a obtenção de um cimento que aliasse boas propriedades físico-químicas a valores de radiopacidade acima do limite mínimo preconizado pela normatização. O subcarbonato de bismuto e o sulfato de bário já foram estudados como possíveis agentes radiopacificadores, porém, somente quando adicionados ao cimento Portland e apenas no estudo da radiopacidade dos cimentos experimentais (DUARTE et al., 2009).

## 6.1 Caracterização dos cimentos

A caracterização dos pós dos cimentos experimentais no presente estudo revelou partículas de ST pequenas e homogêneas, em contraste ao cimento Portland, com partículas maiores e mais heterogêneas em tamanho e formato. As diferenças no preparo do cimento Portland, em comparação ao processo sol-gel a partir de materiais quimicamente puros utilizados para sintetizar o ST em laboratório (CAMILLERI, 2011 e CAMILLERI et al., 2013a), poderia explicar esta morfologia distinta das partículas dos dois materiais.

Os agentes radiopacificadores foram evidenciados durante a observação em MEV por meio de difração de elétrons retroespalhados. Foi possível visualizar partículas de diferentes tamanhos e morfologias, dependendo do agente radiopacificador utilizado em cada grupo experimental analisado. O formato acicular típico do óxido de bismuto (FORMOSA et al., 2012b; CAMILLERI et al., 2014a; GRAZZIOTIN-SOARES et al., 2014; GUIMARÃES et al., 2015), presente nos cimentos ST+Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e Portland+Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, contrasta com as outras partículas que constituem estes cimentos, de formatos mais regulares e menores. O cimento ST+ZrO<sub>2</sub> exibe partículas de dióxido de zircônio de tamanho bastante reduzido em comparação com o ST. No Biodentine™, as partículas deste agente radiopacificador mostraram-se maiores e mais esparsas, provavelmente devido ao material bruto empregado pela fábrica possuir maior tamanho de partícula e menor volume presente neste cimento (GRECH et al., 2012; CAMILLERI, 2013a).

O maior tamanho das partículas de subcarbonato de bismuto presentes no cimento experimental constituído por ST+(BiO)<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> pode ser uma característica inerente ao material ou uma aglomeração de partículas menores, possibilidade sugerida pela característica das fotomicrografias. A observação em MEV somente do agente radiopacificador poderia sanar esta dúvida.

O cimento experimental contendo sulfato de bário apresentou imagem com distribuição uniforme deste, com formato e tamanho de partículas semelhante às de ST.

A análise dos materiais hidratados mostrou superfícies densas e compactas, características da hidratação do material (ZHAO et al., 2005; WANG et al., 2008), com poucas diferenças morfológicas entre os mesmos, com exceção dos grupos ST e

Portland+Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Nestes, a superfície dos cimentos se mostrou menos densa e regular, sendo possível observar a presença de microcanais.

## 6.2 Bioatividade

A bioatividade *in vitro* de um material está relacionada à capacidade de formar uma camada de hidroxiapatita em sua superfície. Vários autores foram capazes de observar a formação desta camada em cimentos hidráulicos à base de silicato, seja no MTA (SARKAR et al., 2005; TAY et al., 2007; TINGEY et al., 2008; HAN et al., 2010; GANDOLFI et al., 2010; CAMILLERI et al., 2013a; HAN et al., 2013; CAMILLERI et al., 2015; ELNAGHY et al., 2014; GANDOLFI et al., 2014; KIM et al., 2014; XUEREBO et al., 2015) seja no Biodentine™ (GRECH et al., 2012; HAN et al., 2013; CAMILLERI et al., 2013a; CAMILLERI et al., 2014; CAMILLERI et al., 2015; ELNAGHY et al., 2014; KIM et al., 2014) e seja sobre o ST puro ou com aditivos (ZHAO et al., 2004; ZHAO et al., 2005; HUAN; CHANG, 2008a; HUAN; CHANG, 2008b; WANG et al., 2008; GANDOLFI et al., 2009; CAMILLERI et al., 2011; GRECH et al., 2012; FORMOSA et al., 2012b; CAMILLERI et al., 2013a; CAMILLERI et al., 2014; e XUEREBO et al., 2015).

Em todos os materiais supra-referenciados, foi possível observar a formação dessa camada em todos os materiais testados após 7 dias, devido à interação do cálcio dos biomateriais com o fósforo do fluido corporal simulado, formando uma camada de hidroxiapatita em suas superfícies, a exemplo do relatado por (SARKAR et al., 2005; TAY et al., 2007). Esta camada apresentava estrutura do tipo “favo-de-mel” (*honeycomb*) em todos os grupos testados neste tempo experimental, com exceção do cimento Portland com adição de óxido de bismuto, que mostrou estruturas globulares mais densas.

Após 28 dias imersos em SBF, a camada de hidroxiapatita formada na superfície dos biomateriais testados sofria alterações, tornando-se mais compacta, com exceção do grupo ST+Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, que após este período experimental continuou apresentando morfologia semelhante ao período de 7 dias, ou seja, em favo-de-mel. O grupo Portland+Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, que no período de 7 dias já apresentava estrutura da camada de hidroxiapatita compacta, não apresentou alterações morfológicas significativas após 28 dias.

A análise por EDX indicou uma íntima relação entre a quantidade de magnésio presente na camada de hidroxiapatita e sua morfologia. Quantidades maiores de magnésio nesta camada estão associadas à formação de estruturas do tipo favo-de-mel com grandes lacunas, provavelmente devido à maior reatividade do magnésio quando comparado ao cálcio presente no meio (MAYER et al., 1997; GANDOLFI et al., 2014; FARZADI et al., 2014).

### **6.3 Microdureza superficial**

O cimento Portland+Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> mostrou valores de microdureza inferiores ao cimento ST+Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, o que pode ser explicado pela maior formação de hidratos de cálcio neste último, o que confere maior resistência mecânica ao cimento após a reação de presa (DAMMASCHKE et al., 2005).

Os resultados encontrados no presente estudo corroboram a hipótese de que os cimentos baseados em ST possuem maior resistência superficial do que o cimento Portland (DAWOOD, et al. 2014, ELNAGHY et al. 2014 e KAUP et al. 2015), com exceção de Caronna et al. (2014).

Os cimentos dotados de radiopacificadores com partículas menores apresentaram maiores valores de microdureza, o que sugere que esta propriedade tem relação inversa com a porosidade dos cimentos, hipótese explorada anteriormente (SAGHIRI et al., 2015).

### **6.4 Radiopacidade**

No presente estudo a radiopacidade do Biodentine™ apresentou valores médios abaixo de 3 mmAl, preconizado pela ISO 6876/2001 como sendo o mínimo aceitável para diferenciar o biomaterial de estruturas dentais, o que também foi relatado em estudos anteriores (TANALP et al., 2013; CARON et al., 2014; KAUP et al., 2015). Diferente desse resultado, Grech et al. (2013), Ahmetoglu et al. (2013) e

Camilleri et al. (2013a) obtiveram resultados de radiopacidade acima de 3 mm/Al para o este biomaterial. Os baixos valores de radiopacidade do Biodentine™ podem ser explicados por uma menor concentração de ZrO<sub>2</sub> presente neste cimento (GRECH et al., 2012; CAMILLERI et al., 2013a), fato observado no presente estudo pela comparação das fotomicrografias do pó do Biodentine™ com o grupo ST+ZrO<sub>2</sub>.

Os cimentos experimentais contendo bismuto apresentaram os maiores valores de radiopacidade, fato também relatado por Bortoluzzi et al. (2009), Duarte et al. (2009), Formosa et al. (2012a), Camilleri et al. (2013a), Marciano et al. (2013), Ahmetoglu et al. (2013), Tanalp et al. (2013), Cavenago et al. (2013), Saghiri et al. (2015), Xuereb et al. (2015), Guimarães et al. (2015) e Kaup et al. (2015). O tamanho das partículas do agente radiopacificador, observadas no presente estudo em fotomicrografias, pode ter uma relação direta com os valores de radiopacidade encontrados, conforme sugere Saghiri et al. (2015). Apesar das partículas de subcarbonato de bismuto serem pequenas, conforme observado na Figura 9, estas apresentam-se aglomeradas, conferindo altos valores de radiopacidade ao cimento experimental ST+(BiO)<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>.

#### **6.4 Resistência à compressão**

A resistência à compressão é uma das principais propriedades físicas de materiais que serão empregados como capeadores pulpares, agentes de forramento e restauradores, devido a sua necessidade de resistir às forças de condensação do material restaurador definitivo e mastigatórias.

O Biodentine™, por ser um material com a proposta de substituir dentina, deve apresentar valores elevados de resistência à compressão. No presente estudo este cimento mostrou elevada resistência, corroborando os achados de Dawood et al. (2014) e Elnaghy et al. (2014), que relatam sua maior resistência à compressão quando comparado ao MTA. O óxido de bismuto, presente no MTA e no cimento Portland+Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, não participa da reação de hidratação, interferindo então nas propriedades mecânicas do material (CAMILLERI et al. 2013a e SAGHIRI et al. 2015). Grech et al. (2013) justificam a maior resistência mecânica do Biodentine™ pelo fato da relação pó/líquido deste cimento ser maior do que 3:1, devido à adição de polímero

ao líquido do material, potencializando sua hidratação e a trabalhabilidade. Entretanto, os resultados obtidos no presente estudo indicaram que a resistência à compressão do Biodentine™ e do ST+ZrO<sub>2</sub> foram estatisticamente semelhantes, sugerindo que o polímero hidrossolúvel não tem interferência na resistência do material.

O cimento ST+BaSO<sub>4</sub> apresentou altos valores de resistência à compressão, o que pode estar relacionado com a presença do elemento químico bário, tendo em vista que Xuereb et al. (2015) relata que o ST acrescido de zirconato de bário apresentou altos valores de resistência.

## 6.5 Solubilidade

Este teste foi realizado seguindo a metodologia proposta por Cavenago et al. (2013), que quantificou a solubilidade do MTA através do cálculo de perda de volume mensurado por microtomografia computadorizada, antes e depois dos corpos-de-prova serem imersos em água destilada e deionizada. Este autor demonstrou a baixa solubilidade do MTA, obtendo resultados distintos de Gandolfi et al. (2014), que avaliaram a solubilidade através de pesagem em balança de precisão. Grech et al. (2013) e Kaup et al. (2015), utilizando fluido corporal simulado, obtiveram resultados negativos para a perda de substância, indicando ganho de massa do biomaterial.

Conforme relata Pariokeh e Torabinejad (2010), estes resultados discordantes devem-se aos problemas advindos durante a determinação da massa dos cimentos à base de silicato de cálcio quando imersos em água destilada, devido à dificuldade na desidratação do material para aferição de seu peso seco. Quando imersos em SBF, a interação do cimento com o meio é capaz de formar uma camada de hidroxiapatita na superfície do biomaterial, interferindo na solubilidade e em seu peso. A metodologia proposta por Cavenago et al. (2013) elimina estes vieses, tendo sido escolhida, portanto, para a realização deste teste.

O Biodentine apresentou maior solubilidade em relação aos outros cimentos analisados, fato este justificado pela presença de carbonato de cálcio em sua composição. Este componente aumenta a solubilidade do ST (HUAN; CHANG, 2008b). A maior solubilidade do Biodentine é também relatada nos estudos de Grech et al. (2013), Dawood et al. (2014) e Kaup et al. (2015).

De acordo com a normatização nº 57 da ANSI/ADA, os cimentos endodônticos podem ter, no máximo, perda de massa equivalente a 3% de seu peso inicial. Todos os cimentos testados no presente experimento tiveram valores abaixo deste limite.

## 6.6 Tempo de presa inicial

O tempo de presa do Biodentine™ foi menor que os demais cimentos testados devido à presença em sua composição de carbonato de cálcio e  $\text{CaCl}_2$  (HUAN; CHANG, 2008b; WANG et al., 2008), que são aceleradores de presa, além da relação pó e líquido desse material ser maior com a adição de polímero hidrossolúvel ao líquido, potencializando a sua hidratação (GRECH et al., 2013). Uma maior relação pó e líquido também diminui o tempo de presa do MTA (CAVENAGO et al., 2013), que apresentou os maiores valores dentre os biomateriais testados. Resultados semelhantes foram obtidos por Dawood et al. 2014 e Kaup et al. 2015.

O acréscimo de agentes radiopacificadores aumenta o tempo de presa do ST, o que corrobora os achados de Grech et al. (2013) e Xuereb et al. (2015). O maior tempo de presa encontrado em biomateriais que contém óxido de bismuto deve-se ao fato deste não ser totalmente inerte, interferindo no processo de hidratação do cimento (FORMOSA et al., 2012a; GRAZZIOTIN-SOARES et al., 2014).

Tempos de presa muito longos podem dificultar ou mesmo impossibilitar alguns procedimentos clínicos, como o uso do biomaterial como restaurador provisório. Entretanto, Xuereb et al. (2015) relatam que esta propriedade não tem importância em retro-obturações, tendo em vista que o cimento será protegido pelo retalho após a sutura, impedindo seu deslocamento.

Os testes realizados atestam que o ST necessita de um agente radiopacificador para que seja possível a sua diferenciação dos tecidos dentários. Dentre os aditivos testados, o  $\text{ZrO}_2$  proporcionou ao ST propriedades físico-químicas mais adequadas ao uso clínico, aumentando a microdureza, radiopacidade, resistência à compressão e diminuindo a solubilidade. Este agente radiopacificador interferiu de maneira deletéria apenas no tempo de presa inicial do cimento experimental. O Biodentine™, cimento comercial à base de ST e contendo óxido de zircônio em sua composição, quando comparado ao cimento Portland+ $\text{Bi}_2\text{O}_3$  (composição similar ao WMTA),



apresentou propriedades mais adequadas do que este para o uso clínico, exceto no teste de radiopacidade.

Considerando os resultados do Biodentine™ e do cimento experimental com melhores propriedades (ST+ZrO<sub>2</sub>), é evidente que a baixa radiopacidade do Biodentine™ tem maior prejuízo para a aplicação clínica que o maior tempo de presa do cimento ST+ZrO<sub>2</sub>, entretanto para solucionar o tempo de presa prolongado do ST+ZrO<sub>2</sub> seria necessário a adição de aceleradores de presa que equivaleria a composição do cimento experimental à do Biodentine™. O aumento da concentração de ZrO<sub>2</sub> ao Biodentine™ sanaria o valor insuficiente de radiopacidade fazendo que o mesmo tenha as melhores propriedades dentre os cimentos testados nesse estudo.

## 7 CONCLUSÕES

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

- 1) Todos os cimentos testados apresentam bioatividade após 7 dias;
- 2) O cimento Portland+Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> apresenta valor de microdureza significativamente inferior ao Biodentine, ST+Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, ST+ZrO<sub>2</sub> e ST+BaSO<sub>4</sub>.
- 3) Dentre os radiopacificadores utilizados, os que contêm bismuto em sua composição foram mais eficientes na elevação dos valores de radiopacidade dos cimentos testados. O Biodentine™, assim como o cimento ST+BaSO<sub>4</sub>, apresentaram radiopacidade inferior à especificação (ISO 6876/2001);
- 4) O cimento ST+BaSO<sub>4</sub> apresentou valores de resistência à compressão superiores aos cimentos contendo óxido de bismuto em sua composição;
- 5) Os agentes radiopacificadores testados diminuíram a solubilidade do silicato tricálcico, com exceção do cimento ST+Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>;
- 6) O tempo de presa foi elevado pela adição de agentes radiopacificadores ao ST. O Biodentine apresentou menores valores para esta propriedade, enquanto o cimento Portland+Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> apresentou os maiores valores.
- 7) Dentre os radiopacificadores testados, o ZrO<sub>2</sub> contemplou melhores propriedades físico-químicas, interferindo negativamente apenas no tempo de presa, mostrando que pode ser empregado clinicamente com vantagens em relação aos cimentos comerciais testados.

## REFERÊNCIAS<sup>1</sup>

Ahmetoglu F, Şimzek N, Keleş A, Sinan Ocak M, Altun O. Radiopacity evaluation of three calcium silicate-based materials by digital radiography. *Clin Dent Res*. 2013;37(3): 32-37.

ANSI/ADA Specification nº. 57, section 5.8. American Dental Association (2000) Laboratory Testing Methods: Endodontic Filling and Sealing Materials. endodontic sealing materials.

Attik GN, Villat C, Hallay F, Pradelle-Plasse N, Bonnet H, Moreau K, et al. In vitro biocompatibility of a dentine substitute cement on human MG63 osteoblasts cells: Biodentine™ versus MTA®. *Int Endod J*. 2014;47(12):1133-41.

Belio-Reyes IA, Bucio L, Cruz-Chavez E. Phase composition of ProRoot mineral trioxide aggregate by X-ray powder diffraction. *J Endod*. 2009;35(6):875-8.

Biodentine Active Biosilicate Technology Scientific File, Septodont, Paris, France.

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

---

1- De acordo com *Conference International Committee of medical journal editors (Vancouver style - grupo de Vancouver, 1979)*.

Camilleri J, Montesin FE, Brady K, Sweeney R, Curtis RV, Ford TR. The constitution of mineral trioxide aggregate. *Dent Mater.* 2005;21(4):297-303.

Camilleri J. Characterization and hydration kinetics of tricalcium silicate cement for use as a dental biomaterial. *Dent Mater.* 2011;27(8):836-44.

Camilleri J. Investigation of Biodentine as dentine replacement material. *J Dent.* 2013a;41(7):600-10.

Camilleri J, Sorrentino F, Damidot D. Investigation of the hydration and bioactivity of radiopacified tricalcium silicate cement, Biodentine and MTA Angelus. *Dent Mater.* 2013b;29(5):580-93.

Camilleri J, Laurent P, About I. Hydration of Biodentine, Theracal LC, and a prototype tricalcium silicate-based dentin replacement material after pulp capping in entire tooth cultures. *J Endod.* 2014;40(11):1846-54.

Camilleri J, Sorrentino F, Damidot D. Characterization of un-hydrated and hydrated BioAggregate™ and MTA Angelus™. *Clin Oral Investig.* 2015;19(3):689-98.

Caron G, Azerad J, Faure MO, Machtou P, Boucher Y. Use of a new retrograde filling material (Biodentine) for endodontic surgery: two case reports. *Int J Oral Sci.* 2014;6(4):250-3.

Caronna V, Himel V, Yu Q, Zhang JF, Sabey K. Comparison of the surface hardness among 3 materials used in an experimental apexification model under moist and dry environments. *J Endod.* 2014;40(7):986-9.

Cavenago BC, Pereira TC, Duarte MA, Ordinola-Zapata R, Marciano MA, Bramante CM, et al. Influence of powder-to-water ratio on radiopacity, setting time, pH, calcium ion release and a micro-CT volumetric solubility of white mineral trioxide aggregate. *Int Endod J.* 2014;47(2):120-6.

Chen CC, Ho CC, David Chen CH, Ding SJ. Physicochemical properties of calcium silicate cements for endodontic treatment. *J Endod.* 2009;35(9):1288-91.

Dammaschke T, Gerth HU, Zuchner H, Schafer E. Chemical and physical surface and bulk material characterization of white ProRoot MTA and two Portland cements. *Dent Mater.* 2005;21(8):731-8.

Darvell BW, Wu RC. "MTA"-an Hydraulic Silicate Cement: review update and setting reaction. *Dent Mater.* 2011;27(5):407-22.

Dawood AE, Manton DJ, Parashos P, Wong RH, Palamara JE, Stanton DP, et al. The physical properties and ion release of CPP-ACP-modified calcium silicate-based cements. *Aust Dent J.* 2014.

De Rossi A, Silva LA, Gatón-Hernández P, Sousa-Neto MD, Nelson-Filho P, Silva RA, et al. Comparison of pulpal responses to pulpotomy and pulp capping with biodentine and mineral trioxide aggregate in dogs. *J Endod.* 2014;40(9):1362-9.

Elnaghy AM. Influence of acidic environment on properties of biodentine and white mineral trioxide aggregate: a comparative study. *J Endod*. 2014;40(7):953-7.

Estrela C, Bammann LL, Estrela CR, Silva RS, Pecora JD. Antimicrobial and chemical study of MTA, Portland cement, calcium hydroxide paste, Sealapex and Dycal. *Braz Dent J*. 2000;11(1):3-9.

Farzadi A, Bakhshi F, Solati-Hashjin M, Asadi-Eydivand M, Osman NAA. Magnesium incorporated hydroxyapatite: Synthesis and structural properties characterization. 2014; 40:6021–9.

Formosa LM, Mallia B, Camilleri J. The effect of curing conditions on the physical properties of tricalcium silicate cement for use as a dental biomaterial. *Int Endod J*. 2012a;45(4):326-36.

Formosa LM, Mallia B, Bull T, Camilleri J. The microstructure and surface morphology of radiopaque tricalcium silicate cement exposed to different curing conditions. *Dent Mater*. 2012b;28(5):584-95.

Funteas UR, Wallace JA, Fochtman EW. A comparative analysis of mineral trioxide aggregate and Portland cement. *Aust Endod J*. 2003; 29(1):43-4.

Gandolfi MG, Ciapetti G, Perut F, Taddei P, Modena E, Rossi PL, et al. Biomimetic calcium-silicate cements aged in simulated body solutions. Osteoblast response and analyses of apatite coating. *J Appl Biomater Biomech*. 2009;7(3):160-70.

Gandolfi MG, Taddei P, Tinti A, Prati C. Apatite-forming ability (bioactivity) of ProRoot MTA. *Int Endod J.* 2010;43(10):917-29.

Gandolfi MG, Siboni F, Primus CM, Prati C. Ion release, porosity, solubility, and bioactivity of MTA Plus tricalcium silicate. *J Endod.* 2014;40(10):1632-7.

Grazziotin-Soares R, Nekoofar MH, Davies TE, Bafail A, Alhaddar E, Hubler R, et al. Effect of bismuth oxide on white mineral trioxide aggregate: chemical characterization and physical properties. *Int Endod J.* 2014;47(6):520-33.

Grech L, Mallia B, Camilleri J. Characterization of set Intermediate Restorative Material, Biodentine, Bioaggregate and a prototype calcium silicate cement for use as root-end filling materials. *Int Endod J.* 2013a;46(7):632-41.

Grech L, Mallia B, Camilleri J. Investigation of the physical properties of tricalcium silicate cement-based root-end filling materials. *Dent Mater.* 2013b;29(2):20-8.

Guimaraes BM, Tartari T, Marciano MA, Vivan RR, Mondeli RF, Camilleri J, et al. Color stability, radiopacity, and chemical characteristics of white mineral trioxide aggregate associated with 2 different vehicles in contact with blood. *J Endod.* 2015;41(6):947-52.

Han L, Okiji T, Okawa S. Morphological and chemical analysis of different precipitates on mineral trioxide aggregate immersed in different fluids. *Dent Mater J.* 2010;29(5):512-7.

Han L, Okiji T. Bioactivity evaluation of three calcium silicate-based endodontic materials. *Int Endod J.* 2013;46(9):808-14.

Huan Z, Chang J. Effect of Sodium Carbonate Solution on Self-setting Properties of Tricalcium Silicate Bone Cement. *J Biomater Appl.* 2008a; 23(3):247-62.

Huan Z, Chang J. Study on physicochemical properties and in vitro bioactivity of tricalcium silicate-calcium carbonate composite bone cement. *J Mater Sci Mater Med.* 2008b;19(8):2913-8.

Hungaro Duarte MA, de Oliveira El Kadre GD, Vivian RR, Guerreiro Tanomaru JM, Tanomaru Filho M, de Moraes IG. Radiopacity of portland cement associated with different radiopacifying agents. *J Endod.* 2009;35(5):737-40.

International Organization for Standardization. ISO 6876, Dental Root Canal Sealing Materials. 2nd ed. Geneva, Switzerland, 2001.

Kaup M, Schafer E, Dammaschke T. An in vitro study of different material properties of Biodentine compared to ProRoot MTA. *Head Face Med.* 2015;11:16.

Kim JR, Nosrat A, Fouad AF. Interfacial characteristics of Biodentine and MTA with dentine in simulated body fluid. *J Dent.* 2015; 43(2):241-7.

Kokubo T, Takadama H. How useful is SBF in predicting in vivo bone bioactivity? *Biomaterials.* 2006;27(15):2907-15.



Koubi G, Colon P, Franquin JC, Hartmann A, Richard G, Faure MO, et al. Clinical evaluation of the performance and safety of a new dentine substitute, Biodentine, in the restoration of posterior teeth - a prospective study. *Clin Oral Investig*. 2013;17(1):243-9.

Laurent P, Camps J, De Meo M, Dejou J, About I. Induction of specific cell responses to a Ca(3)SiO(5)-based posterior restorative material. *Dent Mater*. 2008;24(11):1486-94.

Malkondu O, Karapinar Kazandag M, Kazazoglu E. A review on biodentine, a contemporary dentine replacement and repair material. *Biomed Res Int*. 2014;2014:160951.

Marciano MA, Estrela C, Mondelli RF, Ordinola-Zapata R, Duarte MA. Analysis of the color alteration and radiopacity promoted by bismuth oxide in calcium silicate cement. *Braz Oral Res*. 2013;27(4):318-23.

Mayer I, Schlam R, Featherstone JD. Magnesium-containing carbonate apatites. *J Inorg Biochem*. 1997;66(1):1-6.

Nekoofar MH, Adusei G, Sheykhrezae MS, Hayes SJ, Bryant ST, Dummer PM. The effect of condensation pressure on selected physical properties of mineral trioxide aggregate. *Int Endod J*. 2007;40(6):453-61.

Nowicka A, Lipski M, Parafiniuk M, Sporniak-Tutak K, Lichota D, Kosierkiewicz A, et al. Response of human dental pulp capped with biodentine and mineral trioxide aggregate. *J Endod*. 2013;39(6):743-7.

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

Parirokh M, Torabinejad M. Mineral trioxide aggregate: a comprehensive literature review--Part I: chemical, physical, and antibacterial properties. *J Endod*. 2010;36(1):16-27.

Rajasekharan S, Martens LC, Cauwels RG, Verbeeck RM. Biodentine™ material characteristics and clinical applications: a review of the literature. *Eur Arch Paediatr Dent*. 2014;15(3):147-58.

Roberts HW, Toth JM, Berzins DW, Charlton DG. Mineral trioxide aggregate material use in endodontic treatment: a review of the literature. *Dent Mater*. 2008;24(2):149-64.

Saeki K, Fujita Y, Shiono Y, Morimoto Y, Maki K. Pulp revascularization in immature permanent tooth with apical periodontitis using mineral trioxide aggregate. *Case Rep Med*. 2014;2014:564908.

Saghiri MA, Gutmann JL, Orangi J, Asatourian A, Sheibani N. Radiopacifier particle size impacts the physical properties of tricalcium silicate-based cements. *J Endod*. 2015;41(2):225-30.

Tanalp J, Karapınar-Kazandağ M, Dölekoğlu S, Kayahan MB. Comparison of the radiopacities of different root-end filling and repair materials. *ScientificWorldJournal*. 2013;2013:594950.

Tay FR, Pashley DH, Rueggeberg FA, Loushine RJ, Weller RN. Calcium phosphate phase transformation produced by the interaction of the portland cement component of white mineral trioxide aggregate with a phosphate-containing fluid. *J Endod.* 2007;33(11):1347-51.

Tingey MC, Bush P, Levine MS. Analysis of mineral trioxide aggregate surface when set in the presence of fetal bovine serum. *J Endod.* 2008;34(1):45-9.

Torabinejad M, Watson TF, Pitt Ford TR. Sealing ability of a mineral trioxide aggregate when used as a root end filling material. *J Endod.* 1993;19(12):591-5.

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

Tran XV, Gorin C, Willig C, Baroukh B, Pellat B, Decup F, Opsahl Vital S, Chaussain C, Boukpepsi T. Effect of a calcium-silicate-based restorative cement on pulp repair. *J Dent Res.* 2012; 91(12):1166-71.

Wang X, Sun H, Chang J. Characterization of  $\text{Ca}_3\text{SiO}_5/\text{CaCl}_2$  composite cement for dental application. *Dent Mater.* 2008;24(1):74-82.

Widbiller M, Lindner SR, Buchalla W, Eidt A, Hiller KA, Schmalz G, et al. Three-dimensional culture of dental pulp stem cells in direct contact to tricalcium silicate cements. *Clin Oral Investig.* 2015.

Xuereb M, Sorrentino F, Damidot D, Camilleri J. Development of novel tricalcium silicate-based endodontic cements with sintered radiopacifier phase. *Clin Oral Investig*. 2015.

Zanini M, Sautier JM, Berdal A, Simon S. Biodentine induces immortalized murine pulp cell differentiation into odontoblast-like cells and stimulates biomineralization. *J Endod*. 2012;38(9):1220-6.

Zhang H, Pappen FG, Haapasalo M. Dentin enhances the antibacterial effect of mineral trioxide aggregate and bioaggregate. *J Endod*. 2009;35(2):221-4.

Zhao W, Chang J. Sol-gel synthesis and in vitro bioactivity of tricalcium silicate powders. *Materials Letters*. 2004;58(19):2350-3.

Zhao W, Wang J, Zhai W, Wang Z, Chang J. The self-setting properties and in vitro bioactivity of tricalcium silicate. *Biomaterials*. 2005;26(31):6113-21.

Zhou HM, Shen Y, Wang ZJ, Li L, Zheng YF, Häkkinen L, et al. In vitro cytotoxicity evaluation of a novel root repair material. *J Endod*. 2013;39(4):478-83.