

MAEVE BÜLOW DOMINGUES

**EFEITO DA CONTAMINAÇÃO POR SANGUE OU SORO HUMANOS
NAS PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS DO SILICATO
TRICÁLCICO**

CAMPO GRANDE

2016

MAEVE BÜLOW DOMINGUES

**EFEITO DA CONTAMINAÇÃO POR SANGUE OU SORO HUMANOS
NAS PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS DO SILICATO
TRICÁLCICO**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-graduação em Odontologia da Universidade Federal de Mato Grosso do Sul, para obtenção do título de Mestre.

Orientador: Prof. Dr. Danilo Mathias Zanello Guerisoli

CAMPO GRANDE

2016

FOLHA DE APROVAÇÃO

MAEVE BÜLOW DOMINGUES

**EFEITO DA CONTAMINAÇÃO POR SANGUE OU SORO HUMANOS
NAS PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS DO SILICATO
TRICÁLCICO**

Dissertação apresentada ao Programa
de Pós-graduação em Odontologia da
Universidade Federal de Mato Grosso do
Sul, para obtenção do título de Mestre.

Resultado _____

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

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. Danilo Mathias Zanello Guerisoli

Instituição: FAODO/UFMS

Prof. Dr. Paulo Zárate Pereira

Instituição: FAODO/UFMS

Prof. Dr. Jefferson José de Carvalho Marion

Instituição: FAODO/UFMS

DEDICATÓRIA

À minha família que com muito carinho e apoio, não mediram esforços para que eu chegasse até esta etapa da minha vida.

Ao meu esposo, ser humano e profissional em quem eu me apoio e me espelho todos os dias.

À toda e qualquer pessoa que acredita de alguma forma no amor e num mundo melhor.

A todos que lutam para sorrir no dia a dia, superar suas barreiras, vencer na vida sendo justo e honesto.

A todos os profissionais que buscam fazer o melhor.

À todas as pessoas que têm atitudes que não prejudiquem ao próximo.

A todos que não desistem dos seus sonhos.

A todos os mestres e sábios que, com sua contribuição, ajudaram milhões de pessoas a evoluir, com o trabalho desenvolvido tentando provar a todos que internamente, todos somos mestres e sábios.

A todos os professores que tive ao longo da vida, pois eu acredito que sou um pouco de cada um deles.

Ao meu querido orientador, que em mais um trabalho, demonstrou que uma simples orientação é tudo na vida de um mestrando.

AGRADECIMENTOS

A Deus pela vida, pela benção de uma família maravilhosa. Agradeço por todas as pessoas que colocou no meu caminho, que sem dúvida foram determinantes para a minha formação.

Aos meus amigos e companheiros de turma, por terem tornado mais fácil e prazerosa toda essa jornada.

À Universidade Federal de Mato Grosso do Sul e Faculdade de Odontologia por me acolher desde a graduação.

Ao Programa de Pós-Graduação, professores e funcionários.

À Marineti Caetano pelo bate-papo e o cafézinho caprichado.

À François Sorrentino por ter nos fornecido o silicato tricálcico.

Aos Professores Walter Aragão, Wander Fernando de Oliveira Filiú, Gilberto Maia e Lincoln de Oliveira, por todo o tempo e disposição.

Ao Luiz Felipe Praça, pelo tempo e dedicação em operar o MEV.

À Evelin do comitê de ética por ter tornado tudo mais fácil.

À CAPES pela bolsa.

Muito obrigada por tudo!

**“Recria tua vida, sempre,
sempre.
Remove pedras e planta
roseiras e faz doces.
Recomeça.”**

Cora Coralina

RESUMO

Bülow-Domingues M. Efeito da contaminação por sangue ou soro humanos nas propriedades físico-químicas do silicato tricálcico. Campo Grande; 2016 [Dissertação – Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Mato Grosso do Sul].

Na maioria das situações clínicas em endodontia, o cimento endodôntico entra em contato com sangue durante ou após a sua aplicação, e essa contaminação pode ter um efeito deletério sobre suas propriedades físico-químicas. O objetivo deste estudo foi avaliar o efeito da contaminação por sangue ou soro humanos sobre a morfologia de superfície e microdureza do silicato tricálcico. Para tanto, foram confeccionadas amostras cilíndricas de 4 x 6 mm, obtidas pela mistura de silicato tricálcico com água destilada (controle), sangue ou soro humanos (n = 20); metade das amostras foram colocadas em contato com água destilada e as demais em contato com sangue humano (n = 10 cada). As amostras foram armazenadas em ambiente com 100% de umidade relativa e à temperatura de 37°C durante 7 dias. Após a completa presa do material, os corpos-de-prova foram polidos com lixas d'água, secos e submetidos à ensaio de microdureza, utilizando-se uma carga de 500 g durante 30 segundos. Foram utilizadas 6 amostras de cada grupo e realizadas 5 indentações em cada, registrando-se a média expressa em Vickers Hardness Number (VHN). Os corpos-de-prova foram novamente armazenados nas mesmas condições e novas leituras de microdureza realizadas aos 28 dias, sendo os resultados analisados por meio de análise de variância de duas vias complementada por teste *post-hoc* de Bonferroni. Para a análise da morfologia superficial, duas amostras de cada grupo, nos dois tempos experimentais testados, foram processadas e submetidas à análise em microscópio eletrônico de varredura (MEV) com magnificação de 2.000x, complementada por espectroscopia de energia dispersiva (EDS). As imagens foram analisadas qualitativamente e correlacionadas com os resultados de microdureza. Os resultados indicaram que a microdureza do silicato tricálcico aos 7 dias permanece semelhante ao do grupo controle, com queda significativa dos valores desta propriedade aos 28 dias, exceto no grupo controle. Não foi possível correlacionar os resultados de microdureza superficial com as características morfológicas observadas ao MEV. O EDS mostrou que as amostras foram formadas por oxigênio, cálcio e silício. Conclui-se que o silicato tricálcico contaminado por sangue ou soro humanos sofre pouca variação de microdureza nos primeiros 7 dias, sofrendo uma redução significativa desta propriedade aos 28 dias.

Palavras-chave: cimento de silicato, sangue, testes de dureza.

ABSTRACT

Bülow-Domingues M. Effect of contamination by human blood or serum on the physicochemical properties of tricalcium silicate. Campo Grande; 2016 [Dissertation - Faculty of Dentistry, Federal University of Mato Grosso do Sul].

In most clinical situations in endodontics, endodontic cement will come in contact with blood during or after its application, with a deleterious effect on its physical and chemical properties. The objective of this study was to evaluate the effect of contamination from human blood or serum on the surface morphology and hardness of tricalcium silicate. Cylindrical samples of 4 x 6 mm were prepared, obtained by tricalcium silicate mixture with distilled water (control), or human blood or serum (n = 20), half of the samples were placed in contact with distilled water and other contact with human blood (n = 10 each). The samples were stored in an environment with 100% relative humidity and 37 ° C for 7 days. After complete setting of the material, the samples were polished with sandpaper, dried and submitted to hardness testing, using a load of 500 g for 30 seconds. Six samples were tested from each group, and 5 indentations were carried out in each, with the average expressed in Vickers Hardness Number (VHN). The samples were again stored under the same conditions and new microhardness readings taken at 28 days and the results analyzed by analysis of variance, two-way complemented by *post-hoc* Bonferroni test. For the analysis of surface morphology, two samples of each group, the two experimental times tested were processed and submitted for analysis in scanning electron microscope (SEM) with a magnification of 2.000x, complemented by energy dispersive spectroscopy (EDS). The images were qualitatively analyzed and correlated with the results of hardness. The results indicated that the hardness of the tricalcium silicate to 7 days remains similar to the control group, with significant drop in values this property at 28 days except in the control group. It was not possible to correlate the results of microhardness with the morphological characteristics observed by SEM. EDS showed that the samples were formed by oxygen, calcium and silicon. It follows that the tricalcium silicate contaminated by blood or human serum microhardness suffers little change in the first 7 days, suffer a significant reduction in this property to 28 days.

Keywords: silicate cement, blood, hardness tests.

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Média e desvio padrão de microdureza superficial dos grupos testados (7 dias), expressos em VHN.....	50
Tabela 2 – Média e desvio padrão de microdureza superficial dos grupos testados (28 dias), expressos em VHN.....	50

LISTA DE QUADRO

Quadro 1 – Grupos experimentais	45
---------------------------------------	----

LISTA DE GRÁFICO

Gráfico 1 – Média e desvio padrão dos grupos testados, expressos em VHN.....50

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Amostras em contato com sangue e água destilada	45
Figura 2 - Fotomicrografias obtidas a partir da superfície do silicato tricálcico manipulado com água destilada e deionizada (grupo I), sangue (grupo II) e soro sanguíneo (grupo III) e expostos à água destilada e sangue durante 7 dias	48
Figura 3 - Fotomicrografias obtidas a partir da superfície do silicato tricálcico manipulado com água destilada e deionizada (grupo I), sangue (grupo II) e soro sanguíneo (grupo III) e expostos à água destilada e sangue durante 28 dias	49

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

CEM	Cimento de silicato de cálcio
CFA	Fluoraluminato de cálcio
CSA	Sulfoaluminato de cálcio
DRX	Difração de raios-x
DTA	Análise térmica diferencial
EDS	Espectroscopia de energia dispersiva
EDX	Energia dispersiva de raios-x
FAODO	Faculdade de Odontologia
FBS	Soro fetal bovino
HA	Hidroxiapatita
HBSS	Solução salina balanceada de Hanks
ICP – ES	Espectroscopia de emissão atômica de plasma
IRM	Material restaurador intermediário
ISO	International Organization for Standardization
MCPM	Fosfato monocálcico mono-hidratado
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
MTA	Mineral trióxido agregado
PG	Propilenoglicol
SBF	Fluído corporal simulado
EBA	Ácido etóxi benzóico
TCLE	Termo de Consentimento Livre e Esclarecido
TSB	Tryptcase Soy Broth
VHN	Vickers Hardness Numbers
XRF	Fluorescência de raios-x
N	Número de amostras

LISTA DE SÍMBOLOS

%	por cento
°C	Graus Celsius
CaCl ₂	Cloreto de cálcio
CaCO ₃	Carbonato de cálcio
CaO	Óxido de cálcio
Ca ₃ SiO ₅	Silicato tricálcico
g	Gramma
h	Hora
Kv	Quilovolt
M	Molar
min	Minuto
ml	Mililitro
mm	Milímetro
MPa	Mega Pascal
Na ₂ CO ₃	Carbonato de sódio
Na ₂ HPO ₄	Hidrogeno fosfato dissódico
pH	Potencial hidrogeniônico
rpm	Rotações por minuto
SiO ₂	Silicato dicálcico
<	Menor
>	Maior

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	15
2 REVISÃO DA LITERATURA	18
3 OBJETIVOS.....	43
4 METODOLOGIA	44
5 RESULTADOS.....	47
6 DISCUSSÃO.....	51
7 CONCLUSÕES.....	53
REFERÊNCIAS.....	54
APÊNDICE A – Termo de Consentimento Livre e Esclarecido	
ANEXO A – Aprovação do Comitê de Ética em Pesquisa	

1 INTRODUÇÃO

O uso de materiais à base de silicato de cálcio na Odontologia tornou-se popular com o desenvolvimento do mineral trióxido agregado (MTA), em 1993 (TORABINEJAD et al., 1993; LEE et al., 1993). Foi utilizado inicialmente como material retro-obturador e em perfurações radiculares, devido à sua natureza hidráulica e superioridade frente aos outros materiais então disponíveis (TORABINEJAD et al., 1993; LEE et al., 1993; PITT FORD et al., 1995). A formulação final do MTA, composta por 80% de cimento Portland e 20% de óxido de bismuto (agente radiopacificador), tornou-se comercialmente disponível, em 1998, como ProRoot MTA (Dentsply Tulsa Dental, Johnson City, USA) e, posteriormente, MTA Angelus (Angelus Soluções Odontológicas, Londrina, Brasil).

O MTA é descrito como um cimento na forma de pó contendo finas partículas de silicato tricálcico, silicato dicálcico, aluminato tricálcico, ferroalumínio, óxido tricálcico, sulfato de cálcio di-hidratado e óxido de bismuto (TORABINEJAD et al., 1995; SARKAR et al., 2005). Apresenta propriedades benéficas como a biocompatibilidade, bioatividade, é antimicrobiano e proporciona selamento contra infiltração bacteriana (ADAMO et al., 1999; ESTRELA et al., 2000; HOLLAND et al., 2001; SARKAR et al., 2005; MONTELLANO et al., 2006; CAMILLERI, 2013).

O silicato tricálcico é o principal componente do MTA, representando aproximadamente 60% da constituição deste cimento (CAMILLERI, 2005; BELIO-REYES et al., 2009; CAMILLERI, 2011). No entanto, a quantidade de silicato tricálcico no cimento Portland, utilizado na produção do MTA, pode variar amplamente entre as marcas, devido ao processo de fabricação e o tipo de matéria-prima utilizada. Além disso, o cimento Portland pode conter contaminantes que, se incorporados ao cimento, podem alterar suas propriedades. Diferentemente do cimento Portland, cimentos modernos à base de silicato tricálcico são sintetizados em laboratório a partir de matérias-primas de elevada pureza e em condições controladas, mantendo suas propriedades constantes (CAMILLERI et al., 2013).

Alguns autores sugerem que o silicato tricálcico deve substituir o cimento Portland na fabricação do MTA, proporcionando melhores propriedades físico-químicas para este biomaterial (CHEN et al., 2009; CAMILLERI, 2011).

O silicato tricálcico puro foi testado como um cimento ósseo (HUAN E CHANG, 2007; HUAN E CHANG, 2008a; HUAN E CHANG, 2008b) e introduzido como um material dentário (WANG et al., 2008), demonstrando biocompatibilidade e bioatividade adequada (ZHAO et al., 2005), além de menor tempo de presa quando comparado ao MTA (CHEN et al., 2009).

Materiais à base de silicato tricálcico, tais como MTA, Biodentine®, Bioaggregate®, EndoSequence®, entre outros, são caracterizados pela liberação de hidróxido de cálcio no processo de hidratação e a formação de hidroxiapatita quando em contato com fluídos corporais (ZHAO E CHANG 2004; CAMILLERI, 2011; CAMILLERI et al., 2013; CAMILLERI et al., 2014; CAMILLERI, 2015). Atualmente, esta classe de biomateriais é utilizada não só em retro-obturações (TORABINEJAD et al., 1993; BOGEN E KUTTLER 2009) e perfurações radiculares iatrogênicas ou patológicas (LEE et al., 1993; TORABINEJAD et al., 1995; PITT FORD et al., 1995; RAHIMI et al., 2013), mas também no capeamento pulpar direto (NOWICKA et al., 2013), pulpotomias (SOARES, 1996; HOLLAND et al., 2001; CAMILLERI, 2015), como uma barreira apical (CARONNA et al., 2014; BAJWA et al., 2015) e em procedimentos regenerativos (GALLER 2015).

Na maioria das situações clínicas em endodontia, onde há indicações de uso desses materiais, o cimento entra em contato com sangue durante ou após a sua aplicação, e essa contaminação pode ter um efeito deletério sobre suas propriedades físico-químicas. Essas alterações já foram bem estabelecidas no MTA, sendo este considerado um grave problema a ser solucionado (VANDERWEELE et al., 2006; TINGEY et al., 2008; NEKOO FAR et al., 2010a; NEKOO FAR et al., 2010b; NEKOO FAR et al., 2011; KIM et al., 2012; SALEM MILANI et al., 2013; OLOOMI et al., 2013; RAHIMI et al., 2013; GUIMARÃES et al., 2015; SONG et al., 2015; SHOKOUHINEJAD et al., 2015). Entretanto, as alterações de mesma natureza enfrentadas pelo silicato tricálcico puro, sem aditivos ou radiopacificador, ainda não foram estudadas. Dessa forma, julga-se relevante avaliar as reações que ocorrem em um ambiente onde o sangue está presente e explorar eventuais alterações à microestrutura cristalina e microdureza de superfície desse material.

Nesse contexto, o presente trabalho tem por objetivo investigar *in vitro* os efeitos de sangue e soro humanos sobre a morfologia da superfície e microdureza de silicato tricálcico após 7 e 28 dias.

2 REVISÃO DE LITERATURA

Torabinejad et al. (1993), compararam *in vitro*, a capacidade de selamento do amálgama, Super-EBA e MTA, quando utilizados como materiais retro-obturadores. Trinta dentes unirradiculares extraídos foram instrumentados, obturados e selados coronalmente. Os 3 mm apicais foram removidos e as raízes divididas aleatoriamente em três grupos e preenchidas com os materiais testados. O grupo controle positivo foi obturado com guta-percha e o negativo somente impermeabilizado. Todas as raízes foram expostas à solução de Rodamina B, durante 24 h. Foram seccionadas longitudinalmente, e, a extensão de penetração do corante foi mensurado através de escores (0, 1, 2 e 3). O MTA mostrou excelentes resultados, com pouca ou nenhuma infiltração e os demais materiais apresentaram infiltração, sendo que o amálgama teve os piores resultados. O estudo concluiu que o MTA apresentou ótimo selamento apical, diferente dos demais materiais testados, ressaltando ainda sua fácil manipulação e capacidade de utilização em ambiente úmido.

Lee et al. (1993), também compararam a capacidade de selamento do MTA, amálgama e do Material Restaurador Intermediário (IRM) no reparo de perfurações em raízes radiculares. Cinquenta molares inferiores e superiores humanos extraídos foram perfurados na região das raízes mesiais. Os dentes foram divididos em quatro grupos: grupo I – 15 dentes selados com amálgama; grupo II – 15 dentes selados com IRM; grupo III – 15 dentes selados com MTA e grupo IV – 5 dentes sem nenhum material (controle). Após isso, os dentes foram colocados em uma esponja vegetal com solução salina, durante quatro semanas, simulando as condições clínicas. As perfurações foram coradas com azul de metileno por 48 h, e, as raízes então seccionadas. A penetração do corante nas interfaces coronais e apical foi mensurada usando um micrômetro ocular. O amálgama e o IRM apresentaram resultados estatisticamente semelhantes, enquanto o MTA obteve os menores resultados. Os autores concluíram que o MTA obteve melhor selamento.

Para comparar a infiltração de corante na presença e ausência de sangue em retro-preparos selados com amálgama, IRM, Super-EBA e MTA, Torabinejad et al. (1994), utilizaram noventa dentes unirradiculares recém-extraídos. Após o acesso, a

instrumentação e irrigação, os dentes foram obturados com guta-percha e cimento. Um retro - preparo padronizado de 1 mm de diâmetro e 2 mm de profundidade foi realizado e os dentes foram divididos em grupos: 5 raízes foram preenchidas com guta-percha, sem selante (controle positivo); 5 raízes foram preenchidas com cera (controle negativo); as 80 raízes restantes foram divididas de acordo com o material utilizado: amálgama, IRM, Super - EBA e MTA. Para cada material, metade dos retos - preparos foi seco antes de se colocar o material de preenchimento e a outra metade foi contaminada por sangue. Após a obturação, as amostras foram imersas em azul de metileno 1 %, durante 72 h. As raízes foram seccionadas ao meio e o material obturador foi removido para medir a penetração do corante. Houve infiltração no controle positivo e nenhuma infiltração no controle negativo. Graus variados de infiltração ocorreram nos grupos amálgama, IRM, Super – EBA e MTA. A análise estatística dos dados não mostrou nenhuma diferença significativa entre os grupos expostos ao sangue e os não expostos durante o procedimento. Concluíram que a presença ou ausência de sangue não teve efeito significativo sobre a quantidade de corante infiltrado, mas o grupo do MTA apresentou menor infiltração que os demais materiais.

Em 1995, Torabinejad et al., determinaram a composição química, pH, e radiopacidade do MTA, bem como seu tempo de presa, força de compressão e a solubilidade deste material comparado ao amálgama, Super - EBA e IRM. Entre os seus componentes estão o silicato tricálcico, silicato dicálcico, aluminato tricálcico, ferroalumínio, óxido tricálcico, sulfato de cálcio di-hidratado e óxido de bismuto. O MTA teve um pH de 10,2, inicialmente, que se elevou a 12,5 três horas após a mistura e se mostrou mais radiopaco que o Super - EBA e IRM. O amálgama teve o menor tempo de presa (4 min) e o MTA o mais longo (2 h 45 min). O amálgama apresentou maior força de compressão (311,1 MPa) enquanto o MTA somente 67 MPa. Os materiais testados não mostraram qualquer solubilidade nas condições do presente estudo, exceto o IRM. Com base nos resultados, o MTA apresentou propriedades físicas adequadas para uso como material retro - obturador.

Para avaliar a resposta histológica à perfuração intencional em furcas, Pitt Ford et al. (1995), utilizaram 28 pré-molares inferiores em cães. Em metade dos dentes, as perfurações foram reparadas imediatamente com amálgama ou MTA, e a outra metade das perfurações foram deixadas abertas, expostas à contaminação salivar, durante 6 semanas antes do reparo. A análise histológica, realizada 4 meses

depois, se deu por meio de escores (0, 1, 2 e 3). No grupo imediatamente reparado, todos os espécimes de amálgama foram associados com a inflamação, enquanto somente um no grupo do MTA. No grupo exposto à saliva, todos os espécimes reparados com amálgama foram associados à inflamação, enquanto apenas quatro preenchidos com MTA. Este estudo revelou que o MTA é um material mais apropriado para a perfuração do que o amálgama, particularmente quando utilizado imediatamente após a perfuração.

Em 1999, Adamo et al., investigaram a microinfiltração bacteriana no MTA, Super - EBA, resina e amálgama, quando utilizados como materiais retro - obturadores. Sessenta dentes extraídos foram divididos em 5 grupos (de acordo com o material utilizado para selamento) e instrumentados. Os 3 mm apicais foram removidos e imersos em uma cultura bacteriana (*Streptococcus salivarius*). Nas primeiras 4 semanas, 10% das amostras apresentaram infiltração. Em oito semanas, 20% das amostras mostraram evidências de infiltração. Concluíram que não houve diferenças estatísticas entre os materiais testados nos tempos 4, 8 e 12 semanas.

Wucherpfennig e Green, (1999), foram os primeiros a relatarem a similaridade do MTA com o cimento Portland. Analisaram esses cimentos macro e microscopicamente, descobrindo que suas composições básicas são quase idênticas e ambos são misturados com água, tomando presa em umidade. A fim de analisar a biocompatibilidade do cimento Portland, foram cultivadas células semelhantes a osteoblastos na presença dos cimentos. Após 4 e 6 semanas, os resultados mostraram formação de matriz óssea de forma semelhante. Em ratos adultos, os cimentos foram utilizados como materiais de proteção pulpar direta após exposição pulpar. Foi verificado, após análise histológica, que os materiais têm um efeito semelhante sobre as células pulpares. Estas observações preliminares sugeriram que o cimento Portland poderia ser um material com qualidades semelhantes as apresentadas pelo MTA.

Em 2000, Estrela et al., investigaram a ação antimicrobiana do MTA, cimento Portland, pasta de hidróxido de cálcio, Sealapex® e Dycal®. Os elementos químicos do MTA e de dois cimentos Portland também foram analisados. Quatro cepas bacterianas foram usadas: *Staphylococcus aureus*, *Enterococcus faecalis*, *Pseudomonas aeruginosa* e *Bacillus subtilis*, além de *Candida albicans* e uma mistura com todos os micro-organismos mencionados. Trinta placas de Petri com 20 ml de ágar foram inoculadas com 0,1 ml das suspensões. Três cavidades com 4 mm

de profundidade e 4 mm de diâmetro foram realizados em cada placa de ágar utilizando uma bobina de cobre e, em seguida, completamente preenchidas com o produto a ser testado. As placas foram incubadas a 37° C por 48 h. Os controles positivos e negativos foram feitos, mantendo-se as placas com e sem inóculo, para o mesmo período e em condições idênticas de incubação. Os diâmetros das zonas de inibição microbiana e de difusão foram medidos. A análise química dos elementos presentes no MTA e em duas amostras de cimento Portland foi feita com um espectrômetro de fluorescência de raios-x. Os resultados mostraram que a atividade antimicrobiana da pasta de hidróxido de cálcio foi superior a todas as outras, apresentando zonas de inibição de 6-9.5 mm e zonas de difusão de 10-18 mm. O MTA, cimento Portland e Sealapex® apresentaram apenas zonas de difusão e entre estes, Sealapex® produziu a maior zona de difusão (10 a 18 mm). O Dycal® não mostrou zonas de inibição ou de difusão. As análises químicas mostraram que o cimento Portland contém óxido de cálcio, silicato tricálcico, silicato dicálcico, aluminato tricálcico e ferroalumínio. Concluíram que o cimento Portland contém os mesmos elementos químicos que o MTA, com exceção ao óxido de bismuto, que lhe confere radiopacidade.

Holland et al., (2001), investigaram o comportamento da polpa dental de cães após pulpotomia e proteção direta com MTA ou cimento Portland. Utilizaram 18 dentes, totalizando 26 raízes. Após o acesso à câmara pulpar e remoção da polpa coronária, os dentes foram preenchidos com MTA ou cimento Portland. Os dentes foram selados com cimento de óxido de zinco e eugenol e amálgama. Sessenta dias após o tratamento, os animais foram sacrificados. Os espécimes foram removidos e preparados para análise histológica. Pontes de dentina e polpa vital sem qualquer reação inflamatória foram observados em 10 dos 13 espécimes do grupo do MTA. No grupo do cimento Portland o mesmo aconteceu em 11 de 13 espécimes. Concluíram que o MTA e o cimento Portland possibilitam a obtenção de resultados semelhantes entre si, quando empregados diretamente na proteção da polpa dentária, após a realização da pulpotomia.

Em 2003, Funteas et al., compararam a composição do MTA e cimento Portland, analisando a existência de quinze elementos através de espectrometria de emissão atômica de plasma (ICP-ES). Os elementos encontrados foram: alumínio, bário, cálcio, cromo, cobre, magnésio, bismuto, ferro, magnésio, manganês, níquel, chumbo, tálio, vanádio e zinco. Concluíram que os materiais são estatisticamente

semelhantes em 14 desses elementos, exceto a ausência de bismuto no cimento Portland.

Lee et al. (2004), avaliaram os efeitos dos ambientes fisiológicos sobre o comportamento de hidratação do MTA. O cimento foi misturado e inserido em moldes. As amostras foram divididas aleatoriamente em quatro grupos e armazenadas a 37 °C em água destilada (grupo 1), solução salina (grupo 2), em pH 7 (grupo 3) e em pH 5 (grupo 4). Sete dias depois, todas as amostras foram removidas das soluções experimentais e secas ao ar durante a noite à temperatura ambiente. O MTA em água destilada, solução salina e solução com pH 7 apresentou estrutura semelhante com a presença de cristais cúbicos e em formato de agulha, enquanto que o MTA em solução com pH 5 apresentou cristais cúbicos em menor quantidade. Os resultados de microdureza demonstraram diferenças estatísticas entre os quatro grupos, sendo o menor valor para a solução com pH 5 (40.7 VHN) e o maior valor para a solução com pH 7 (52.2 VHN). Concluíram que um ambiente ácido é prejudicial para as propriedades físicas e o comportamento de hidratação do MTA.

Zhao e Chang, (2004), sintetizaram o silicato tricálcico em um processo sol-gel. O pó foi imerso em fluido corporal simulado (SBF) e mantido a 37 °C, durante 10 dias. Após isso, as amostras foram trituradas para a análise. As variações de superfície, estruturais e morfológicas dos pós antes e após a imersão em SBF foram caracterizados por difração de raios-X (DRX) e microscopia eletrônica de varredura (MEV). Após 10 dias, a superfície das amostras foi coberta com hidroxiapatita (HA). Concluíram que a formação de HA demonstra a excelente bioatividade desse material.

Em 2005, Sarkar et al., caracterizaram as interações do MTA com o SBF. Primeiramente, as amostras foram divididas em seis frascos usando 0,25 g de MTA e 1 ml de água destilada. Em seguida, foi adicionado 10 ml do SBF. Após duas semanas, as amostras foram caracterizadas pelo MEV e análise de energia dispersiva de raios-x (EDX). Na segunda parte do estudo, dois dentes unirradiculares humanos extraídos foram preparados endodonticamente e preenchidos com a solução de MTA descrita acima. Após dois meses de exposição ao SBF, os dentes foram seccionados e avaliados em microscópio óptico, MEV e EDX. Os perfis de composição elementar obtidos por análise de raios-x demonstraram que o oxigênio, cálcio e fósforo foram os elementos principais

encontrados, com traços de bismuto, sílica e alumínio. Concluíram que o MTA não é um material inerte, ele é bioativo. Em contato com fluido corporal, dissolve-se, liberando todos os seus principais componentes e provocando a precipitação de HA na sua superfície e no fluido circundante.

Algumas propriedades físicas e a bioatividade do silicato tricálcico (Ca_3SiO_5) foram investigadas por Zhao et al. (2005). Para preparar o cimento, o pó de Ca_3SiO_5 foi misturado com quantidades diferentes de água desionizada de modo que a proporção pó/líquido foi de 3/0,8; 3/1,0 e 3/1,2. Após a mistura, o cimento foi transferido para moldes de aço inoxidável com diâmetro de 10 mm 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. A hidratação do silicato tricálcico teve como resultado a formação de hidrato de silicato de cálcio e hidroxiapatita, quando expostos ao SBF, e, além disso apresentou um efeito estimulador no crescimento celular. Os autores concluíram que o cimento é candidato para implantes ósseos e reparo dental.

Camilleri et al., (2005), analisaram a constituição de duas versões do MTA ProRoot®: branca e cinza. 1 g de MTA foi misturado com 0,35 ml de água destilada até produzir uma massa homogênea. Foram compactados entre duas placas de vidro em moldes de bronze com 5 mm de diâmetro e tomaram presa a 100% de humidade. Após 6 horas foram removidos dos moldes e colocados em pratos de 30 mm de diâmetro a 100% de humidade durante 3 dias a 37 °C, e então submetidos a um dos seguintes procedimentos: mantido a 100% de humidade a 37 °C (controle); imerso em água durante 4 h seguido por secagem durante 12 h; imerso em glutaraldeído 2,5%, em solução de fosfato 0,2 M durante 4 h, após lavagem com glutaraldeído durante 24 h. Os resultados mostraram que o MTA branco foi composto principalmente de silicato tricálcico e óxido de bismuto, enquanto MTA cinza foi composto principalmente de silicato tricálcico, silicato dicálcico e óxido de bismuto. A morfologia da superfície dos materiais diferiu sob várias condições, em particular após a imersão em solução de fosfato que obteve a formação de cristais. Concluíram que ambos apresentaram uma constituição semelhante à composição química do cimento Portland, exceto pela adição do óxido de bismuto no MTA.

Investigando os efeitos da contaminação por sangue e diferentes líquidos na manipulação do MTA branco, VanderWeele et al., (2006), avaliaram a resistência ao deslocamento do cimento utilizando 125 dentes recém extraídos. Os dentes foram

seccionados logo acima da câmara pulpar e abaixo da região de furca e posicionados em resina acrílica. Com uma broca esférica, o assoalho das câmaras pulpares foi perfurado, e, os dentes divididos em 12 grupos. Cinco dentes restantes foram utilizados como controle. Sessenta amostras foram contaminadas com sangue antes de receber o MTA. As sessenta amostras não contaminadas com sangue foram divididas de acordo com o líquido misturado ao MTA: água estéril, lidocaína 2% com 1:100.000 epinefrina e 0,9% de solução salina estéril. O MTA foi utilizado nas perfurações e as amostras permaneceram em ambiente úmido a 37 °C. As amostras foram submetidas ao teste Instron, após 24h, 72h e 7 dias. Todas as amostras não contaminadas com sangue tiveram maior resistência ao deslocamento do que as amostras contaminadas, em 7 dias. Nos grupos de água estéril, anestésico e solução salina as amostras de 7 dias obtiveram maior resistência ao deslocamento. A força necessária para fraturar a dentina nas amostras controle foi significativamente maior do que a força necessária para deslocar as amostras de MTA. Os autores recomendam que a hemorragia seja controlada no local da perfuração antes do uso do material e que este deve permanecer em repouso por 7 dias antes da restauração final, diminuindo as chances de deslocamento do MTA.

Montellano et al. (2006), determinaram se a contaminação por sangue, soro fisiológico ou saliva no MTA afetaria seu selamento, utilizando noventa dentes humanos unirradiculares. Os dentes foram acessados, preparados, irrigados e divididos em seis grupos. Os grupos de 1 a 3 foram contaminados com sangue, soro ou saliva, o grupo 4 não foi contaminado e os grupos 5 e 6 serviram de controle negativo e positivo, respectivamente. Os dentes foram armazenados em 100% de umidade e após 24 h os dentes foram selados com MTA branco (grupos de 1-4), cera (grupo 5) e cone de guta-percha com cimento (grupo 6). Os dentes foram inseridos em tubos e imersos em Trypticase Soy Broth (TSB) e as amostras foram incubadas a 37 °C durante 24 h. Ao tubo, foram adicionadas *Staphylococcus epidermidis* e o crescimento bacteriano foi avaliado através da turbidez da TSB, durante 30 dias. Todos os grupos de MTA apresentaram infiltração, no entanto, o MTA não contaminado apresentou significativamente menor infiltração do que o MTA contaminado com saliva. Não houve diferença significativa na penetração bacteriana observada entre MTA contaminado com sangue ou soro fisiológico em comparação com o MTA não contaminado. Concluíram que a saliva obteve maior porcentagem devido à presença de glicoproteínas.

Huan e Chang, (2007), testaram a melhoria de algumas propriedades do silicato tricálcico, adicionando o fosfato monocálcico mono-hidratado (MCPM) ao cimento, na proporção (em peso) de 0, 10, 20 e 30%. Os cimentos foram manipulados e inseridos em moldes circulares de aço inoxidável com 6 mm de diâmetro. Foram testados tempo de presa, pH, injetabilidade, resistência à compressão, bioatividade e degradabilidade. A adição de 10-20% de MCPM reduziu de 90 para 30 minutos o tempo de presa inicial do material e o pH estabilizou-se em 12,3. A DRX das amostras indicou que o teor de hidróxido de cálcio formado na hidratação do cimento foi menor com a adição da MCPM. Assim, o cimento de silicato tricálcico com adição de 20% do MCPM é um candidato potencial para ser utilizado como substituto de osso.

Em 2007, Nekoofar et al., testaram o efeito da pressão de condensação sobre a microdureza e resistência à compressão do MTA. Para o teste de microdureza foram produzidos sessenta espécimes e divididos em 6 grupos de acordo com a pressão de condensação exercida: 0.06, 0.44, 1.68, 3.22, 4.46 ou 8.88 MPa. Cinco grupos contendo 10 amostras foram utilizadas para o teste de resistência à compressão, utilizando as forças de 0.06, 0.44, 1.68, 3.22 ou 4.46 MPa. Para a avaliação morfológica por MEV, novos espécimes foram preparados utilizando o mesmo conjunto de pressões de condensação. A pressão de 8.88 MPa forneceu o menor valor de microdureza e os demais grupos não tiveram diferenças estatísticas. Para a resistência à compressão não houve diferenças estatísticas entre os grupos. A microestrutura interna de todas as amostras mostrou microcanais e depressões provocadas por bolhas de ar. As imagens demonstraram que as maiores pressões de condensação resultaram em menos vazios criados pelo ar retido e menor quantidade de microcanais. Os autores concluem que a pressão de condensação pode afetar a força e a microdureza do MTA e sugerem que, durante o uso do MTA, a pressão de condensação deva ser controlada.

A composição química e mecanismo de hidratação de dois tipos de cimento com potencial uso em odontologia: sulfoaluminato de cálcio (CSA) e flúoraluminato de cálcio (CFA) em comparação com o cimento Portland foi estudada por Camilleri, em 2008. A composição química dos 3 tipos de cimento foi avaliada usando a análise de energia dispersiva de raios-x em MEV e por DRX. Os constituintes da reação de hidratação foram avaliados em 1, 7, 28 e 56 dias. Os três cimentos apresentaram silicato tricálcico como principal constituinte. A análise química

mostrou que o CFA era composto principalmente de cálcio, silício, alumínio e traços de enxofre que também estão presentes no cimento Portland. A reação de hidratação do cimento Portland produziu hidróxido de cálcio após 56 dias, enquanto os outros cimentos não apresentaram níveis detectáveis. O pH de todos os cimentos testados foi alcalino, variando entre 11 e 12. Concluiu que apesar de todos os cimentos apresentarem silicato tricálcico como maior constituinte, a reação de hidratação dos cimentos foi diferente podendo alterar sua biocompatibilidade.

Namazikahah et al., (2008), observou o efeito do pH na microdureza e microestrutura do MTA. O cimento foi manipulado e inserido em quarenta moldes com 6 mm de diâmetro e 12 mm de altura, dividido em quatro grupos e armazenado por 4 dias a temperatura de 20 °C em um frasco de vidro em contato com uma gaze embebida em solução com diferentes pHs (4,4; 5,4; 6,4 e 7,4). Após esse tempo, as amostras foram removidas dos moldes e polidas com lixas de granulação 600 e 1200. Para a análise de superfície foram produzidas 2 amostras de cada grupo nas mesmas condições. O maior valor de microdureza foi encontrado no grupo com pH de 7,4 (53,1 VHN) e o menor valor para o pH de 4,4 (14,3 VHN). As amostras dos pHs de 5,4 e 6,4 foram estatisticamente semelhantes entre si e diferentes dos demais grupos. A microestrutura interna de todas as amostras revelou uma variedade de estruturas, tais como microcanais, depressões causadas por bolhas de ar, poros, formações cristalinas na forma de laminado, cristais em formato de agulha. A microdureza do MTA foi prejudicada em um ambiente ácido e a microestrutura interna não apresentou diferenças morfológicas entre os grupos. No entanto, os autores observaram que quanto maior a acidez do meio maior era a quantidade de poros existentes na estrutura.

Huan e Chang, (2008a), avaliaram os efeitos da solução de carbonato de sódio (Na_2CO_3) nas propriedades do silicato tricálcico, explorando a possibilidade de utilizá-lo como material de preenchimento ósseo. Para o experimento foram utilizados 10, 15, 20 e 25% (em peso) de solução de carbonato de cálcio e água como grupo controle, misturados ao pó de silicato tricálcico. Após a mistura, o cimento foi levado aos moldes de aço inoxidável com 6 mm de diâmetro e 8 mm de altura. A caracterização do cimento foi realizada por DRX e MEV, demonstrando diferenças na estrutura dos cimentos com carbonato de cálcio. O pH do cimento com 25% de Na_2CO_3 chegou a 14,5. O tempo de presa diminuiu conforme o aumento da concentração de Na_2CO_3 , apresentou injetabilidade inferior comparado ao grupo

controle. Durante os tempos de 7, 14 e 21 dias, a força de compressão aumentou conforme o aumento da concentração de Na_2CO_3 , no entanto, chegou ao valor máximo na concentração de 15%. Para o teste de bioatividade, as amostras foram imersas em SBF por 7 dias, e, em todas as amostras foram encontradas camadas de HA. A taxa de degradação do cimento diminuiu com o aumento da concentração da solução de Na_2CO_3 . Concluíram que a adição da solução de Na_2CO_3 resultou em uma melhoria das propriedades do material sem afetar sua bioatividade, demonstrando que o material pode ser utilizado como preenchimento ósseo.

Huan e Chang, (2008b), avaliaram os tempos de presa, injetabilidade, resistência mecânica, bioatividade e degradabilidade do silicato tricálcico com adição de carbonato de cálcio (CaCO_3). Os cimentos foram preparados com a porcentagem (peso) de CaCO_3 de 0, 10, 20, 30, e 40%. O pó foi misturado à água deionizada e a mistura foi levada aos moldes de aço inoxidável com diâmetro de 6 mm. O tempo de presa inicial foi reduzido de 90 para 45 min quando a quantidade de CaCO_3 foi de 40%. Com a adição de 20% de CaCO_3 o cimento apresentou excelente injetabilidade, semelhante ao silicato tricálcico puro. Também apresentou maior resistência mecânica (24-27 MPa) do que o silicato tricálcico puro (14-16 MPa). Para avaliar a bioatividade, as amostras foram embebidas em SBF, que após 7 dias mostraram a formação de HA. Além disso, com a adição de carbonato de cálcio, a velocidade de degradação do cimento era significativamente mais elevada do que o silicato tricálcico puro. Concluíram que com o ajuste da degradação o cimento com CaCO_3 pode ser um candidato potencial como biomaterial para aplicações como regeneração óssea.

A superfície e a morfologia dos MTA cinza e branco na presença de soro fetal bovino (FBS) foram avaliadas por Tingey et al., 2008. Oito blocos de MTA foram preparados: 4 foram colocados em água e 4 no FBS. As características morfológicas da superfície foram estudadas através do MEV e a composição da superfície do cimento foi analisada por 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, MTA no FBS comparado ao MTA na água apresentou diferenças morfológicas e químicas. O EDS demonstrou a presença de cálcio, alumínio, bismuto e silício e foi semelhante para o MTA em água e FBS. A superfície do MTA em FBS apresentou uma distribuição química homogênea e aparência suavemente globular. O MTA colocado em água se apresentou heterogêneo,

contendo grandes placas hexagonais de compostos cristalinos de cálcio incorporados a um conjunto de cristais globulares. A microtopografia de uma superfície afeta a fixação celular, adesão, proliferação e diferenciação, podendo causar alterações nas propriedades do material. Portanto, os autores sugerem que estudos *in vivo* semelhantes são necessários para avaliar as condições de uso clínico para esse cimento.

Em 2008, Wang et al., investigaram o efeito do cloreto de cálcio (CaCl_2) sobre o silicato tricálcico, produzindo quatro cimentos com diferentes concentrações de CaCl_2 (0, 5, 10 e 15%). O pó foi misturado à água deionizada até se obter uma mistura homogênea, e, em seguida, a mistura foi levada aos moldes de aço inoxidável com 6 mm de diâmetro. Foram avaliados tempo de presa, pH, resistência à compressão, bioatividade e compatibilidade. O tempo de presa diminuiu conforme o aumento da concentração de CaCl_2 . A resistência à compressão aumentou de 0 a 10%, tendo um declínio na concentração de 15%. A adição de CaCl_2 apresentou pH significativamente menor do que o silicato puro. Os corpos-de-prova foram embebidos em SBF, durante 7 dias, e, todos os cimentos testados apresentaram formação de HA e um efeito estimulador na proliferação de células, sugerindo que a adição de CaCl_2 não afeta a bioatividade. Os autores concluíram que a adição de CaCl_2 acelera a hidratação do silicato tricálcico resultando em uma diminuição no tempo de presa e melhoria da resistência à compressão do cimento, sem afetar sua biocompatibilidade.

Em 2009, Bogen e Kutller realizaram uma revisão sobre o uso de MTA como um material obturador por fornecer benefícios a longo prazo que melhoram o prognóstico e a retenção da dentição natural em terapias convencionais e complexas. O estudo revelou o potencial notável para este cimento bioativo à base de silicato tricálcico. Tratamentos de canal radicular comprometidos por infiltração, modelagem/limpeza inadequada, obturações de má qualidade e grandes lesões periapicais podem demonstrar taxas de sucesso superiores quando esse material é utilizado para preencher o sistema de canais radiculares. Os dentes obturados com MTA tem sua resistência à fratura aumentada com o tempo e as bactérias efetivamente neutralizadas. Embora o MTA não apresente todas as características necessárias para um material ideal, os tratamentos endodônticos complexos podem se beneficiar de sua bioatividade.

Chen et al., (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 silicato dicálcico (SiO_2) e óxido de cálcio (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. Foram analisados a superfície, através do MEV, tempo de presa, resistência a compressão e pH. A DRX mostrou que o cimento contendo a maior quantidade de SiO_2 teve uma fase amorfa, sem picos característicos. O cimento com proporção 7:3 apresentou uma superfície solta e rugosa e todos os outros tinham uma aparência suave com partículas emaranhadas. O tempo de presa variou de 12 a 42 minutos, sendo menor no cimento com menor quantidade de silicato dicálcico. Os melhores valores de resistência à compressão foram encontrados nos cimentos com proporção de 5:5 e 4:6 (15,2 e 12 MPa, respectivamente). O pH logo após a mistura variou de 10,4 e 11,1, indicando um ligeiro aumento com o aumento da quantidade de CaO , chegando a 13,6 após 6 horas. Concluíram que entre os cinco cimentos estudados, as proporções de 4:6 e 3:7 apresentaram tempos de presa encurtados, sendo mais indicados para os tratamentos endodônticos.

Em 2009, Belio-Reyes et al., determinaram a composição das fases cristalinas do MTA, através do MEV, análise quantitativa por Rietveld e análise térmica diferencial (DTA). Os resultados demonstraram picos de oxigênio, alumínio, silício, bismuto, enxofre e cálcio como elementos principais. Os silicatos tricálcico e dicálcico representam as fases principais MTA (51 e 23%, respectivamente). Os autores concluíram que o MTA é constituído por silicato tricálcio, dicálcico, pequenas proporções de aluminato tricálcio, anidrita e óxido de bismuto adicionado para radiopacidade e que essa composição é muito importante para a compreensão das suas propriedades físico-químicas.

Nekoofar et al., (2010a), expuseram o MTA ao sangue e soro humanos para avaliar a microdureza e microestrutura de superfície a curto e a longo prazo. Além disso, os cimentos também foram misturados apenas com sangue, em vez de água, para determinar se prejudicaria o desenvolvimento das propriedades. Prepararam 3 grupos com 10 amostras para cada tipo de MTA (cinza e branco): o grupo 1 foi misturado com sangue e exposto ao sangue após sua presa; o grupo 2 foi misturado com água destilada e exposto ao sangue; e o grupo 3 foi misturado com água e

exposto ao soro. Os cimentos foram inseridos em moldes de 4 mm de diâmetro e 6 mm de altura e deixados a 37° C em ambiente úmido por 96 horas. Dez amostras de cada tipo de MTA foram usadas como controle, sendo misturadas e expostas à água destilada. Após 4 dias, o MTA branco teve um valor maior de microdureza (59,9 VHN) do que o MTA cinza (45,9 VHN) em cada grupo comparado (inclusive os controles). O MTA branco misturado com sangue e o MTA branco exposto ao soro, comparados com os outros grupos experimentais, tiveram os maiores valores de microdureza (36,5 e 35,3, respectivamente). Em contraste, o MTA cinza misturado com sangue teve a menor microdureza de todos os grupos experimentais (18,4 VHN). Não houve diferença significativa entre a microdureza após 4 dias e 6 meses entre os grupos experimentais, com exceção das amostras de MTA cinza misturado com o sangue e o MTA cinza exposta soro. Ambas as amostras tiveram um aumento significativo no valor de microdureza após 6 meses. Todos os grupos experimentais em contato com o sangue tiveram microdureza reduzida em comparação com os controles. A análise descritiva revelou que as amostras contaminadas com fluídos humanos (sangue e/ou soro) tinham uma superfície alterada, a microestrutura era desprovida de cristais aciculares, característica de sulfoaluminato de cálcio hidratado (etringite), que foram destaque nos grupos controle. Concluíram que a contaminação sanguínea teve um efeito negativo sobre a microdureza superficial do MTA e provocou uma alteração na microestrutura de superfície. Os autores sugeriram que ao usar MTA, a hemorragia deve ser controlada, e, ainda, se a contaminação é inevitável, o MTA branco pode ser a escolha mais apropriada por ser menos afetado do que MTA cinza.

Ainda em 2010, Nekoofar et al., avaliaram os efeitos da contaminação por sangue humano na resistência à compressão e microestrutura de superfície do MTA. Utilizaram sessenta moldes cilíndricos com 6 mm de altura e 4 mm de diâmetro, divididos em 6 grupos: 1 e 4 – MTA cinza e branco, misturados com água e expostos à água; 2 e 5 – MTA cinza e branco, misturados com água e expostos ao sangue e 3 e 6 – MTA cinza e branco, misturados com sangue e expostos ao sangue. As amostras foram incubadas a 37 °C, durante 96 horas. As amostras foram polidas com lixa 1200 e removidas dos moldes. Para testar a resistência à compressão, as amostras foram colocadas verticalmente sobre a placa de aço de uma máquina universal de ensaios. A superfície das amostras expostas à água ou sangue foram analisadas pelo MEV. Independentemente do tipo de MTA, quando foram

misturados e expostos ao sangue, houve diferença significativa nos valores de resistência à compressão quando comparados aos demais grupos. O maior valor de resistência à compressão foi encontrado no MTA branco misturado com água (71,3 MPa) e o menor valor foi o MTA branco manipulado ao sangue (1,21 MPa). A microestrutura da superfície do MTA revelou diferenças substanciais entre os grupos: todos os espécimes misturados e em contato com sangue tinham mais formações globulares, em vez de cristais angulares vistos nos grupos 1 e 4. Além disso, também demonstraram a falta de qualquer tipo de cristal acicular, que foi proeminente nos grupos 1 e 4. Concluíram que a incorporação do sangue ao MTA resultou em uma falta de cristais aciculares, o que pode explicar a redução na resistência à compressão. Em situações clínicas nas quais o sangue pode ser incorporado ao MTA, suas propriedades físicas podem ser comprometidas.

Em 2011, Nekoofar et al., avaliaram os efeitos da contaminação por sangue humano no MTA, através de análise química e de microestrutura. As amostras foram divididas em 3 grupos: I – MTA misturado com água destilada; II – MTA misturado com água destilada e sangue (50:50%) e III – MTA misturado com sangue. As características de superfície dos espécimes de cada grupo foram examinadas e submetidas à análise elementar, utilizando MEV equipado com EDX e a composição das fases de hidratação foram determinados por um DRX. A análise de MEV do grupo I revelou uma camada amorfa homogênea, contendo microcanais. O grupo II apresentou uma estrutura altamente porosa e o III revelou-se com formações de cristais incompletos. Os cristais aciculares foram abundantes no grupo I e ausentes nos demais. O DRX demonstrou a presença de óxido de bismuto e silicato tricálcico em todos os grupos. Concluíram que a hidratação das amostras parcialmente misturadas com sangue foi mais completa do que aquelas misturadas inteiramente com sangue, e, menos completa do que os espécimes hidratados completamente com água.

Camilleri, (2011), investigou a substituição do cimento Portland, componente do MTA, por silicato tricálcico que é fabricado utilizando o método sol-gel a partir de matérias-primas puras. Para o experimento foram utilizados cimento Portland e silicato tricálcico misturados à água, até formar uma mistura homogênea. Após a mistura, foram distribuídos em moldes circulares com 30 mm de diâmetro. Os cimentos foram caracterizados através do MEV e imagiologia de superfície e a análise elementar foi avaliada através de EDX e DRX com refinamento de Rietveld,

após 28 dias de cura. Para o teste de pH os cimentos foram inseridos em discos com 10 mm de diâmetro e permaneceram a 37 °C, durante 24 h. Após a remoção dos moldes, os espécimes foram imersos em 10ml de água ou solução salina balanceada de Hanks (HBSS). Os lixiviados foram analisadas para presença de alumínio, cálcio, silício e fósforo. Ambos os cimentos tiveram um pico elevado de cálcio. O cimento de silicato tricálcico se apresentou 99% puro e 68% do cimento Portland foi composto de silicato tricálcico. Após 28 dias de hidratação ambos os cimentos se apresentaram com mais de 80% de hidróxido de cálcio. A lixiviação do hidróxido de cálcio na solução resultou em um pH alcalino. A reação de cálcio com o fósforo presente na HBSS resultou na deposição de fosfato de cálcio na superfície do cimento. Contudo, determinou que o silicato tricálcico pode, prospectivamente, substituir o cimento Portland na composição do MTA.

Grech et al., (2012), investigaram a composição do silicato tricálcico (com 20% de óxido de zircônio), compararam com outros cimentos à base de silicato tricálcico (Biodentine® e Bioaggregate®) e utilizaram o IRM com material controle. Os materiais foram misturados, conforme seus fabricantes e depois embebidos em HBSS a 37 °C, durante 28 dias. O pH da solução em contato com IRM foi de aproximadamente 9, significativamente inferior ao pH dos cimentos à base de silicato tricálcio (12). A liberação de íons cálcio foi mais elevado no Biodentine® do que todos os outros materiais testados. A hidratação dos materiais à base de silicato tricálcico resultou em hidrato de silicato de cálcio e hidróxido de cálcio, enquanto que, o IRM não apresentou nenhuma evidência de íons cálcio.

Em 2012, Formosa et al., testaram a radiopacidade, resistência à compressão, tempo de presa, alteração dimensional do silicato tricálcico puro, silicato tricálcico + 20% de óxido de bismuto, cimento Portland puro e cimento Portland + 20% de óxido de bismuto. Os cimentos foram misturados com água até formar uma mistura homogênea e todos os testes foram realizados numa atmosfera de 100% de umidade, utilizando uma câmara climática ou imerso em água destilada ou HBSS a 37 °C. Ambos os materiais contendo óxido de bismuto tiveram radiopacidade significativamente maior do que os materiais puros sob todas as condições ambientais e tempos testados. Após 28 dias, e em HBSS, o cimento Portland puro teve o maior valor de resistência à compressão, enquanto que o menor valor foi encontrado no grupo do cimento Portland com radiopacificador, em câmara climática. Os cimentos com óxido de bismuto tiveram tempos de presa

prolongados. A adição de óxido de bismuto reduziu as alterações dimensionais, tanto para o silicato tricálcico quanto para o cimento Portlans. Os autores determinaram que o silicato tricálcico requer a adição de um agente radiopacificador para o uso clínico adequado e sob as condições do presente estudo, o cimento exibiu propriedades físicas adequadas, demonstrando ser um substituto adequado para o cimento Portland no MTA.

Ainda em 2012, Formosa et al., avaliaram a microestrutura e características de superfície do silicato tricálcico exposto a diferentes condições de presa. Os materiais em estudo incluíram silicato tricálcico e cimento Portland com e sem a adição de radiopacificador. Os corpos-de-prova foram preparados em discos com 10 mm de diâmetro e após sua presa, foram removidos dos moldes e deixados a 37 °C numa atmosfera de 100% de umidade relativa, imerso em água destilada ou HBSS. Após 1 e 28 dias, os cimentos foram examinados sob o MEV e ambos cimentos exibiram a formação de hidrato de silicato de cálcio com morfologia de favo de mel para todas as condições de presa. A análise de fases foi realizada por DRX. As leituras do pH foram feitas antes da imersão e depois de 1, 7, 14, 21 e 28 dias, sendo alcalino para todos os materiais em todos os períodos. A análise química foi realizada por meio de XRF e análise de superfície foi realizada usando perfilometria óptica 3D. Todos os cimentos produziram hidrato de silicato de cálcio e hidróxido de cálcio na hidratação. O silicato tricálcico mostrou uma taxa de reação mais elevada do que o cimento Portland. Os espécimes imersos em HBSS resultaram na deposição de fosfato de cálcio durante as fases iniciais seguintes a imersão e extensa calcificação após 28 dias. A análise de lixiviados demonstrou níveis elevados de cálcio em todos os cimentos testados. Nenhuma aglomeração significativa de óxido de bismuto foi observada, indicando que não ocorreu segregação. Além disso, nenhuma diferença significativa foi observada na morfologia das superfícies de silicato tricálcico com e sem bismuto. Concluíram que o silicato tricálcico foi mais bioativo que o cimento Portland.

Kim et al., (2012), examinaram o efeito do soro fetal bovino na presa do MTA. Foram testadas duas marcas do MTA branco: ProRoot® e Angelus®. Os cimentos foram misturados na devida proporção com água destilada ou com uma solução de cloreto de cálcio 10% e inseridos em moldes com 5 mm de comprimento e 2 mm de diâmetro. Algumas amostras de MTA misturado com água destilada foram embebidas em soro fetal bovino ou em solução salina ou soro e depois solução

salina, as amostras de MTA com cloreto de cálcio foram embebidas somente em soro. Após 4 dias em ambiente úmido a 37 °C, as amostras foram removidas dos moldes e tiveram sua microdureza avaliada em diferentes níveis: 0,5 mm; 2 mm e 4 mm. Em 0,5 mm, em solução salina o ProRoot® teve maior valor do que o Angelus®, em soro fetal bovino, ambos os materiais não tomaram presa, em soro e depois solução salina o ProRoot® apresentou maior microdureza e dos MTAs com cloreto de cálcio, somente o ProRoot® tomou presa. Em 2 mm a microdureza do MTA Angelus® foi menor que o ProRoot®. Os grupos MTA manipulados com água e em contato com solução salina foi semelhante aos grupos MTA manipulados com cloreto de cálcio e em contato com soro fetal bovino. Em 4 mm, não houveram diferenças estatísticas entre os grupos. Para reduzir o efeito do soro fetal bovino, acelerar o tempo de presa do MTA com a adição de cloreto de cálcio pode ser considerado. A adição de cloreto de cálcio foi eficaz, em ambos os MTAs, diminuindo a exposição ao soro fetal bovino, resultando em efeitos mínimos sobre a presa dos cimentos.

Em 2013, Grech et al., avaliaram algumas propriedades do silicato tricálcico com 20% de óxido de zircônio (radiopacificador), Biodentine®, Bioaggregate® e IRM, misturados com água até formar uma mistura homogênea. Após isso, os materiais foram embebidos em HBSS, permanecendo por 28 dias encubado 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 mm de alumínio (indicado pela ISO 6786) e o IRM apresentou a maior radiopacidade (9,6). O Biodentine® exibiu a menor absorção de fluido e foi semelhante ao IRM, enquanto o Bioaggregate® apresentou o maior valor. O tempo de presa foi maior para o Bioaggregate® (1260 min) e menor para o IRM (3 min). O silicato tricálcico, Bioaggregate® e IRM tiveram valores de resistência à compressão (aproximadamente 20 MPa) e microdureza (aproximadamente 10 VHN) semelhantes enquanto o Biodentine® foi maior do que todos os materiais testados (48,4VHN). Os resultados encontrados demonstraram que o uso de aditivos ao silicato tricálcico afeta suas propriedades físicas.

Camilleri et al., (2013), caracterizaram o MTA Angelus®, Biodentine® e silicato tricálcico com radiopacificador (80% de silicato e 20% de óxido de zircônio). Todos os materiais mostraram picos de oxigênio, silício e cálcio e não continham sódio e potássio, que são características de cimentos impuros. A topografia da superfície

dos diferentes cimentos embebido em HBSS demonstrou que todos os materiais exibiram uma aparência de favo de mel, significando a presença de silicato de cálcio hidratado. Todos os materiais apresentaram bioatividade, contendo cristais de hidroxiapatita em sua superfície. O Biodentine® inclui o carbonato de cálcio, que resultou num material com propriedades químicas melhoradas em relação ao silicato tricálcico. Por outro lado, o MTA testado, apresentou a presença de cálcio, óxidos de alumínio e silício não-hidratados. Estas fases estão normalmente associadas com matérias-primas que indicam que o clínquer de MTA foi incompletamente sinterizado, levando a uma quantidade de silicato tricálcico menor, causando uma reação mais lenta e de estrutura porosa. Consequentemente, os cimentos à base de silicato tricálcico puro exibiram maior velocidade de reação quando comparado ao MTA Angelus®. Concluíram que a produção de silicato tricálcico é mais confiável devido às condições de sinterização, diminuindo a variabilidade da composição química das matérias primas.

Para avaliar o efeito da contaminação por sangue na adaptação marginal e microestrutura de superfície do MTA, Salem Milani et al. (2013), utilizaram trinta dentes unirradiculares extraídos que tiveram suas coroas removidas. Os canais foram instrumentados, obturados com guta-percha e incubados em ambiente úmido a 37° C, durante 48 h. As raízes receberam uma perfuração de 3 mm e divididas em 2 grupos: metade foi exposta ao sangue e a outra ao fluido corporal simulado e todas foram preenchidas com MTA. O grupo exposto ao fluido corporal mostrou uma microestrutura cristalina irregular que consistia de cristais hexagonais e em forma de placa com bordas bem definidas e cristais amorfos. Havia ainda cristais em formato de agulha. O grupo exposto ao sangue mostrou uma matriz porosa com inúmeros microcanais e menos cristais hexagonais. Os cristais eram mais arredondados e menos angulares, além disso, houve uma falta geral de cristais semelhantes a agulhas. Ambos os grupos tiveram fissuras dentinárias, no entanto, os dentes expostos ao sangue apresentaram lacunas maiores. Pôde concluir-se que a exposição ao sangue durante a presa tem um efeito negativo sobre a adaptação marginal de MTA, além de mudanças na microestrutura de superfície do material.

Os efeitos adversos da contaminação sanguínea no MTA modificado pela adição CaCl_2 e hidrogenofosfato dissódico (Na_2HPO_4) também foram estudadas por Oloomi et al., 2013. Prepararam noventa espécimes divididos em 6 grupos: MTA, MTA com adição de CaCl_2 , MTA com adição de Na_2HPO_4 e MTA com adição de

CaCl₂ contaminado com sangue, MTA com adição de Na₂HPO₄ contaminado com sangue. Os materiais foram manipulados até formar uma mistura homogênea e inseridos em moldes com 6 mm de altura e 4 mm de diâmetro e incubadas a 37 °C em ambiente úmido. Utilizando uma máquina universal de ensaios, a resistência à compressão foi avaliada após 3 horas, 24 horas e 7 dias. Nos espécimes contaminados com sangue a resistência à compressão foi significativamente mais baixa (menos de 5 MPa) do que os espécimes sem contaminação (aproximadamente 60 MPa) em todos os intervalos de tempo para todos materiais experimentais e em todos os grupos, a resistência à compressão das amostras aumentou significativamente ao longo do tempo. Concluíram que a contaminação sanguínea diminui a resistência à compressão tanto do MTA original quanto dos cimentos modificados. O CaCl₂ e Na₂HPO₄ como aceleradores não preveniram os efeitos adversos da contaminação com sangue sobre o processo de hidratação do material.

Rahimi et al., (2013), testaram a resistência à adesão do cimento de silicato de cálcio (CEM) e do MTA em cento e oitenta dentes humanos. Os dentes tiveram suas coroas removidas, receberam uma perfuração na região de furca e foram divididos em 12 grupos de acordo com o material utilizado na perfuração, a presença ou não de contaminação com sangue e o tempo (24h, 72h e 7 dias). As amostras foram mantidas a 37 °C em 100% de umidade relativa. Após o teste de resistência, as amostras foram divididas perpendicularmente e avaliadas por estereomicroscópio para classificação de falhas. O maior valor de resistência foi encontrado no CEM, sem contaminação com sangue, no tempo de 7 dias (6,7 MPa) e o menor valor para o MTA contaminado com sangue, em 24 horas (1,7 MPa). Em ambos os materiais, não houve diferenças significativas entre grupos contaminados com sangue e não contaminados no intervalo de 24 horas. No entanto, no intervalo de 72 horas, houve diferenças significativas no CEM, entre as amostras contaminadas por sangue e não contaminada, ao contrário do MTA. Todas as amostras apresentaram falha mista na adesão (adesiva e coesiva). Concluíram que a hemostasia deve ser considerada uma etapa importante nas perfurações devido a contaminação com sangue ter um efeito deletério sobre a resistência à adesão cimento/dentina.

Para avaliar a resposta pulpar ao uso do Biodentine® e o MTA, Nowicka et al. 2013, utilizaram vinte e oito terceiros molares agendados para extração por motivos ortodônticos. Os dentes tiveram um acesso na oclusal, com 1,2 mm de diâmetro,

expondo a polpa. Os pacientes foram divididos em 2 grupos experimentais (Biodentine® e MTA) e 1 controle que não recebeu nenhuma exposição. As exposições pulpares foram tratadas com os materiais experimentais e, posteriormente, restaurados. Após 6 semanas os dentes foram extraídos, corados com hematoxilina eosina, e categorizados por meio de um escore histológico. A maioria das amostras mostrou formação de ponte de dentina completa e uma ausência de resposta inflamatória na polpa. Não houveram diferenças estatísticas entre os grupos experimentais Biodentine® e MTA durante o período de observação. Os autores concluíram que o Biodentine® teve resultados semelhantes ao MTA e pode ser considerado uma alternativa nos tratamentos capeadores.

Caronna et al., (2014), avaliaram a microdureza de superfície de 3 materiais em condições secas e úmidas. Modelos simulados com ápice abertos foram criados com tubos de polietileno e colocados em um bloco poroso preenchido com solução salina. Os materiais testados (MTA branco, EndoSequence® e Biodentine®) foram manipulados e inseridos nos 4 mm apicais dos tubos. O grupo úmido recebia uma bolinha de algodão molhada acima do material e vedado com ionômero de vidro e o grupo seco era vedado com guta-percha e amálgama. Após 10 dias em ambiente úmido a 37 °C os espécimes foram cortados em 2 e 4 mm a partir do ápice e tiveram sua microdureza testada. Os resultados mostraram nenhuma diferença estatística para os grupos seco e úmido, no entanto, os valores foram menores nos espécimes com 2 mm. Já entre os materiais, o MTA apresentou maior microdureza (103,3 VHN) quando comparado ao Biodentine® e EndoSequence®. Não houveram diferenças estatísticas entre o Biodentine® (50,6 VHN) e o EndoSequence® (58,9 VHN). Concluíram que tanto o ambiente úmido quanto o seco permitiram a presa do material e ambos os métodos são aceitáveis para uso clínico.

O efeito da contaminação por sangue e saliva também foi estudado por Alhodiry et al. 2014, na resistência à flexão e tempo de presa do cimento Portland puro e Biodentine®. Para o teste de resistência à flexão trinta amostras foram preparadas, para cada grupo, em discos de 2 mm de altura e 12 mm de diâmetro. Dez amostras foram contaminadas com saliva, dez amostras foram contaminadas com sangue humano fresco e as demais permaneceram sem nenhuma contaminação. Após 7 dias os espécimes foram submetidos à máquina universal de ensaio para obtenção da carga de ruptura. Para mensurar o tempo de presa inicial, foram preparados quinze espécimes de cada material e subdivididos em três grupos

de cinco amostras: contaminados com saliva, contaminados com sangue e não contaminados. Os contaminantes foram adicionados após a mistura dos cimentos. Não houveram diferenças estatísticas para os grupos na resistência à flexão. O maior e menor tempo de presa foi de 114 min e 30 min, do cimento Portland contaminado com sangue e o Biodentine® não contaminado, respectivamente. Os grupos contaminados tiveram tempo de presa maior, somente o Biodentine® contaminado com saliva não apresentou diferença estatística quando comparado ao não contaminado. Também não houveram diferenças estatísticas entre o cimento Portland contaminado com saliva e o grupo contaminado com sangue. Os autores concluíram que o tempo de presa do Biodentine® foi menos afetado pelos contaminantes quando comparado ao cimento Portland.

Em 2014, Camilleri et al., analisaram a hidratação do Biodentine®, Theracal LC® e o silicato tricálcico com radiopacificador (20% de óxido de zircônio) utilizados como capeador pulpar, durante 14 dias, comparado com a hidratação dos materiais em solução aquosa. Para a caracterização dos materiais em solução aquosa foram produzidos seis 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 receberam os materiais: Biodentine®, Theracal® e o silicato tricálcico com óxido de zircônio, e, posteriormente restaurados com resina. Após 14 dias, os dentes foram seccionados longitudinalmente. A avaliação dos materiais foi realizada através do MEV e a análise das fases se deu através de DRX. Picos de hidróxido de cálcio foram encontrados no Biodentine® e silicato e nenhum no Theracal®. O silicato tricálcico apresentou hidratação mais avançada quando comparada ao silicato como capeador e o Biodentine® se apresentou superior tanto *in vitro* quanto como capeador. Concluíram que, não existe umidade suficiente para permitir a adequada hidratação do Theracal LC® para uso como capeador pulpar.

Após a imersão no sangue ou água destilada, em diferentes períodos de tempo (7, 15 e 30 dias), Guimarães et al. (2015), avaliaram a alteração de cor, características químicas e radiopacidade do MTA manipulado com diferentes veículos. O MTA foi misturado utilizando 1 g de pó e 0,3 ml de líquido, de duas diferentes formas: 100% água destilada ou 80% de água destilada e 20% de propilenoglicol (PG). As maiores alterações de cor foram observadas nos grupos imersos em sangue, sendo significativamente menor aos 7 e 15 do que aos 30 dias

para ambos os grupos. O MEV demonstrou mudanças na microestrutura, sendo mais evidentes em amostras imersas no sangue. Todos os grupos apresentaram uma diminuição na radiopacidade ao longo do tempo. Concluíram que embora a descoloração do MTA seja associada ao seu radiopacificador, a oxidação do grupo heme presente na hemoglobina pode exacerbar esta descoloração. A proporção de 80% água destilada / 20% PG resultou em menor alteração de cor quando em contato com sangue. Isto pode ser recomendado nos casos em que a estética é crucial e a contaminação sanguínea é provável, tais como perfurações, pulpotomias, revascularização, para alcançar clinicamente níveis aceitáveis de alteração de cor.

Em 2015, Saghiri et al., avaliaram o impacto do tamanho das partículas do óxido de bismuto nas propriedades físicas e radiopacidade do silicato tricálcico. Foram preparados seis tipos de cimento: Ca_3SiO_5 puro, Ca_3SiO_5 com 10% (em peso) de óxido de bismuto (tamanho regular), Ca_3SiO_5 com 20% de óxido de bismuto (tamanho regular), simulando o MTA branco e servindo como grupo controle, Ca_3SiO_5 com 10% de óxido de bismuto (tamanho nano), Ca_3SiO_5 com 20% de óxido de bismuto (tamanho nano) e MTA nano. As propriedades testadas foram: resistência à adesão, microdureza, radiopacidade e resistência à compressão. Os resultados mostraram que o óxido de bismuto tem impacto sobre todas as propriedades físicas testadas. A adição de partículas de tamanho regular de óxido de bismuto diminuiu, ao passo que as nano-partículas reforçaram as propriedades físicas do cimento testado. A porcentagem ótima de óxido de bismuto tamanho nano foi de pelo menos 20% para conseguir um material com melhores propriedades físicas e radiopacidade aceitável. A microdureza teve o menor valor no silicato tricálcico com 10% de radiopacificador (40 VHN), enquanto o MTA nano apresentou 90 VHN. Concluíram que reduzir o tamanho de todas as partículas a um nível nano resulta em um cimento mais homogêneo, com excepcionais características físicas.

Bajwa et al., (2015), relataram um caso clínico de apicificação utilizando Biodentine®. O paciente de dez anos fraturou coronalmente o incisivo central esquerdo permanente e teve seu canal acessado e limpo. Após isso, o Biodentine® foi inserido na região apical por incrementos e condensado para formar uma camada de espessura adequada (> 4 mm). O dente foi radiografado para avaliar a adaptação do material, obturado com guta-percha e recebeu uma coroa provisória. Após 1 mês, o exame clínico e radiográfico mostrou resultado satisfatório. O Biodentine® é um

novo cimento que pode ser utilizado como um substituto de dentina e uma alternativa eficiente aos materiais convencionais utilizados em apicificações.

A superfície e microdureza de cimentos à base de silicato de cálcio em contato com sangue humano foram avaliadas por Song et al. (2015). Para tanto foram produzidos cento e oitenta espécimes dos cimentos ProRoot MTA[®], Ortho MTA[®] e Retro MTA[®], sendo noventa em tubos de polietileno com 2 mm de altura e noventa espécimes em tubos de polietileno com 4 mm de altura, o diâmetro de ambos foi de 2 mm. Após isso foram levados à ambiente com 100% de umidade, 37° C, durante 4 dias em três diferentes soluções: solução salina, solução salina após 5 min em contato com sangue ou somente sangue. Nos espécimes de 2 mm não foram encontradas diferenças significativas para o Retro MTA[®] e OrthoMTA[®] nas diferentes condições. No grupo do ProRoot MTA[®], a maior dureza foi encontrada no grupo que ficou em solução salina e a menor no grupo que teve contato com sangue durante 5 minutos e depois permaneceu em solução salina, pois o grupo que ficou somente no sangue não foi possível avaliar. Nos espécimes de 4 mm, os grupos em contato com sangue apresentaram microdureza reduzida em comparação aos grupos de solução salina, no entanto, o grupo que teve os dois contatos exibiu valores que eram semelhantes aos dos grupos de solução salina, o que indica que a hidratação do MTA não foi afetada pela exposição ao sangue durante 5 min. Na análise de superfície, os autores notaram a falta de cristais aciculares e a presença de partículas de cristais globulares. Concluíram que a contaminação sanguínea exerceu efeitos prejudiciais na microdureza superficial em todos os materiais. Além disso, nas amostras de 2 mm, contaminadas com sangue, a presa foi incompleta, sugerindo então, que a hemorragia seja controlada quando o material for utilizado em profundidades rasas. E ainda, o RetroMTA[®] pode ser uma escolha mais adequada em situações nas quais a contaminação por sangue é inevitável.

Galler, (2015), revisou a literatura sobre procedimentos clínicos para revitalização pulpar. Abordagens de revitalização ou tratamento regenerativo em dentes com rizogênese incompleta e necrose pulpar tornaram-se parte do espectro endodôntico terapêutico e devem ser consideradas como uma alternativa para apicificação convencional. Características comuns dos procedimentos regenerativos realizados em dentes imaturos com necrose pulpar incluem 1) pouca ou nenhuma instrumentação das paredes dentinárias, 2) desinfecção com irrigantes, 3) aplicação de um medicamento intracanal, 4) provocação de sangramento para dentro do canal

e a criação de um coágulo, 5) capeamento com silicato de cálcio e 6) selamento coronal. Concluiu que a implementação de procedimentos endodônticos regenerativos deve ser considerada com base no caso individual do paciente. Um crescente número de evidências mostra a viabilidade clínica desta abordagem.

Camilleri, (2015), caracterizou três materiais que são usados para procedimentos de pulpotomia em dentes permanentes imaturos (Neo MTA[®], MTA Plus[®] e Biodentine[®]). Foram produzidas amostras com 10 mm de diâmetro e 2 mm de altura de cada material que permaneceram por 3 h em ambiente úmido a 37° C. Após isso, foram removidos dos moldes e imersos em HBSS por 1 e 28 dias. A caracterização foi realizada através do MEV, EDS e DRX. A estabilidade da cor dos materiais em contato com a água ou hipoclorito de sódio foi avaliada por fotografia, espectrofotometria, e DRX de três amostras de cada material com 10 mm de diâmetro e 0,1 mm de profundidade. Todos os materiais tiveram como subproduto da hidratação a formação de hidróxido de cálcio e com contato com fluido corporal simulado a formação de fosfato de cálcio. Os cimentos foram constituídos de cálcio, silício, oxigênio, sódio, magnésio, enxofre no Neo MTA[®] e MTA Plus[®], pois os cimentos são base de cimento Portland. No Biodentine[®], havia apenas cálcio, silício e oxigênio, porque é composto de silicato tricálcico. Somente o MTAPlus[®] exibiu descoloração em contato com hipoclorito de sódio. A autora concluiu que todos os materiais testados são adequados para serem utilizados no tratamento de dentes imaturos, pois produzem hidróxido de cálcio, que é necessário para induzir a formação de pontes de dentina. O Neo MTA[®] e Biodentine[®] são alternativas adequadas ao MTA Plus[®] por não apresentarem descoloração.

Em 2015, Shokouhinejad et al., compararam o grau de descoloração de dentes anteriores humanos extraídos após a aplicação do MTA ProRoot[®], Ortho MTA[®], Biodentine[®] e EndoSequence[®] na presença e ausência de sangue. No total, cento e quatro dentes foram preparados, sendo que noventa e seis foram contaminados com sangue ou soro fisiológico e preenchidos com MTA ProRoot[®], Biodentine[®], Ortho MTA[®], e EndoSequence[®]. Quatro dentes foram contaminados com sangue e outros 4 com soro fisiológico, porém foram preenchidos com resina composta. Os dentes foram analisados após 24 horas, 1 mês e 6 meses, com auxílio de espectroradiômetro. A mudança na coloração foi observada ao longo do tempo em todos os grupos, no entanto, o sangue aumentou significativamente a alteração de cor. Na ausência de sangue, o Biodentine[®] e EndoSequence[®] tiveram menor

alteração de cor do que os demais materiais. Depois de 6 meses, a maior alteração de cor foi encontrada no grupo contaminado com sangue do OrthoMTA[®], enquanto a menor alteração foi dada para o Biodentine[®] sem contaminação. Concluíram que na presença do sangue os materiais tiveram comportamentos semelhantes enquanto que na ausência de sangue o Biodentine[®] e EndoSequence[®] apresentaram menor descoloração.

3 OBJETIVOS

3.1 Objetivo geral

Avaliar as alterações sofridas pela superfície e microdureza do silicato tricálcico contaminado por sangue ou soro sanguíneo humanos.

3.2 Objetivos específicos

Caracterizar a superfície do silicato tricálcico manipulado e/ou em contato com sangue ou soro sanguíneo humanos por meio de microscopia eletrônica de varredura, espectroscopia de energia dispersiva e microdureza superficial Vickers.

4 METODOLOGIA

Para a realização desta pesquisa, sangue humano foi doado por um integrante da equipe, após a assinatura do termo de consentimento livre e esclarecido (TCLE) e aprovação pelo Comitê de Ética em Pesquisa da Universidade Federal de Mato Grosso do Sul, Campo Grande, MS, Brasil, sob o número CAAE 46913515.3.0000.0021. O sangue foi armazenado em frascos de vidro revestidos por heparina e mantidos a 5 °C até o momento da utilização. A obtenção do soro se deu por meio da centrifugação do sangue, durante 10 minutos em 1500 rpm (Coleman 80-2, Santo André, SP, Brasil).

Três grupos experimentais foram preparados utilizando silicato tricálcico puro (Mineral Research Processing, Meyzieu, France). Todas as formulações testadas dos materiais foram preparadas no Laboratório de Pesquisa Multiusuário da Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Mato Grosso do Sul (FAODO/UFMS), conforme o Quadro 1. Foi realizada a pesagem dos cimentos em balança semianalítica eletrônica de precisão (Ohaus, Pine Brook, NJ, EUA), seguindo a proporção 3:1 (peso), ou seja, 1g de pó para 0,33 ml de líquido, com auxílio de uma micropipeta de volume variável (Digipet, Curitiba, Brasil). O cimento foi manipulado com água destilada e deionizada (grupo I); (Torabinejad et al., 1995) sangue (grupo II) ou soro sanguíneo (grupo III).

A manipulação foi realizada incorporando-se o pó aos líquidos com auxílio 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 em moldes de resina acrílica com um diâmetro interno de 4 mm e 6 mm de altura (segundo norma ISO 9917-1, 2003), com auxílio de um calcador endodôntico (SS White/Duflex, Rio de Janeiro, RJ, Brasil). A inserção do material foi realizada sobre uma balança semi-analítica, de modo a padronizar a pressão de condensação do material em 500 g (NEKOOFFAR et al., 2007). Vinte amostras foram produzidas para cada grupo: dez foram expostos à água destilada enquanto os outros dez foram expostos ao sangue.

Todas as amostras foram armazenadas num recipiente selado, a 100% de humidade atmosférica e 37 °C, conforme a Figura 1.

Quadro 1 – Grupos experimentais.

Grupo	Material	Contato
Ia	Silicato tricálcico manipulado com água destilada	Água destilada
Ila	Silicato tricálcico manipulado com sangue	Água destilada
Illa	Silicato tricálcico manipulado com soro sanguíneo	Água destilada
<i>I_s</i>	Silicato tricálcico manipulado com água destilada	Sangue
<i>II_s</i>	Silicato tricálcico manipulado com sangue	Sangue
<i>III_s</i>	Silicato tricálcico manipulado com soro sanguíneo	Sangue

Figura 1 – Amostras em contato com sangue e água destilada.



Após 7 dias, seis amostras de cada grupo foram cuidadosamente lavadas com água destilada e polidas usando uma máquina de polimento (Teclago PL-01, Vargem Grande Paulista, SP, Brasil) e lixas d'água com granulação de 600 e 1200 (3M do Brasil, Campinas, SP, Brasil). A microdureza Vickers de cada amostra foi medida usando uma carga de 500 g para 30 s (Nekoofar et al., 2010a) em um microdurômetro (Shimadzu HMV-2, Quioto, Japão). Cinco leituras foram realizadas para cada amostra, e o valor médio foi registrado e expresso em Vickers Hardness Number (VHN). Estas amostras foram novamente armazenadas em 100% de umidade atmosférica e 37 °C e a medida de microdureza repetida após 28 dias de hidratação. Os dados foram analisados por meio de uma análise de duas vias de variância (ANOVA) e teste *post hoc* de Bonferroni.

Para a avaliação morfológica da superfície dos cimentos, foram observadas duas amostras de cada um grupo, após 7 e 28 dias de hidratação, em um microscópio eletrônico de varredura (JEOL JSM 5410 Ltd, Tóquio, Japão). As amostras foram posicionadas em suportes metálicos e fixadas com fita dupla-face de carbono, e uma fina camada de tinta à base de ouro foi aplicada para auxiliar na condutividade. Para a obtenção das imagens de superfície dos cimentos, foi utilizada uma diferença de potencial de 30kV em aumentos de 2000 vezes. Para a avaliação da composição química, as informações sobre os elementos presentes foram obtidas por retroespalhamento de elétrons. Foram obtidas fotomicrografias representativas de áreas da superfície.

5 RESULTADOS

As Figuras 2 e 3 apresentam as fotomicrografias obtidas a partir da superfície do silicato tricálcico manipulado com água destilada e deionizada (grupo I), sangue (grupo II) e soro sanguíneo (grupo III) e expostos à água destilada e sangue durante 7 e 28 dias, respectivamente.

O Gráfico 1 e as Tabela 1 e 2 mostram os valores de microdureza de superfície, bem como os resultados da análise estatística. Após 7 dias, as amostras contaminadas tiveram valores de microdureza semelhantes aos do grupo controle ($p > 0,05$), exceto o grupo Is e o grupo Ila, que apresentaram uma ligeira redução de microdureza ($p < 0,05$). Aos 28 dias, todas as amostras apresentaram microdureza reduzida quando comparada com o grupo controle ($p < 0,05$). Não houve correlação entre a morfologia da superfície com valores de microdureza, para ambos os períodos experimentais estudados.

O EDS mostrou que as amostras são compostas principalmente por oxigênio, cálcio e sílicio. Os grupos manipulados com sangue ou soro sanguíneo tiveram composição química semelhante aos grupos manipulados com água.

Figura 2 - Fotomicrografias da superfície do silicato tricálcico após 7 dias: a) Ia-manipulado com água destilada e em contato com água destilada; b) Is-manipulado com água destilada e em contato com sangue; c) Ila-manipulado com sangue e em contato com água destilada; d) IIs-manipulado com sangue e em contato com sangue; e) IIIa-manipulado com soro sanguíneo e em contato com água destilada; f) IIIs-manipulado com soro sanguíneo e em contato com sangue.

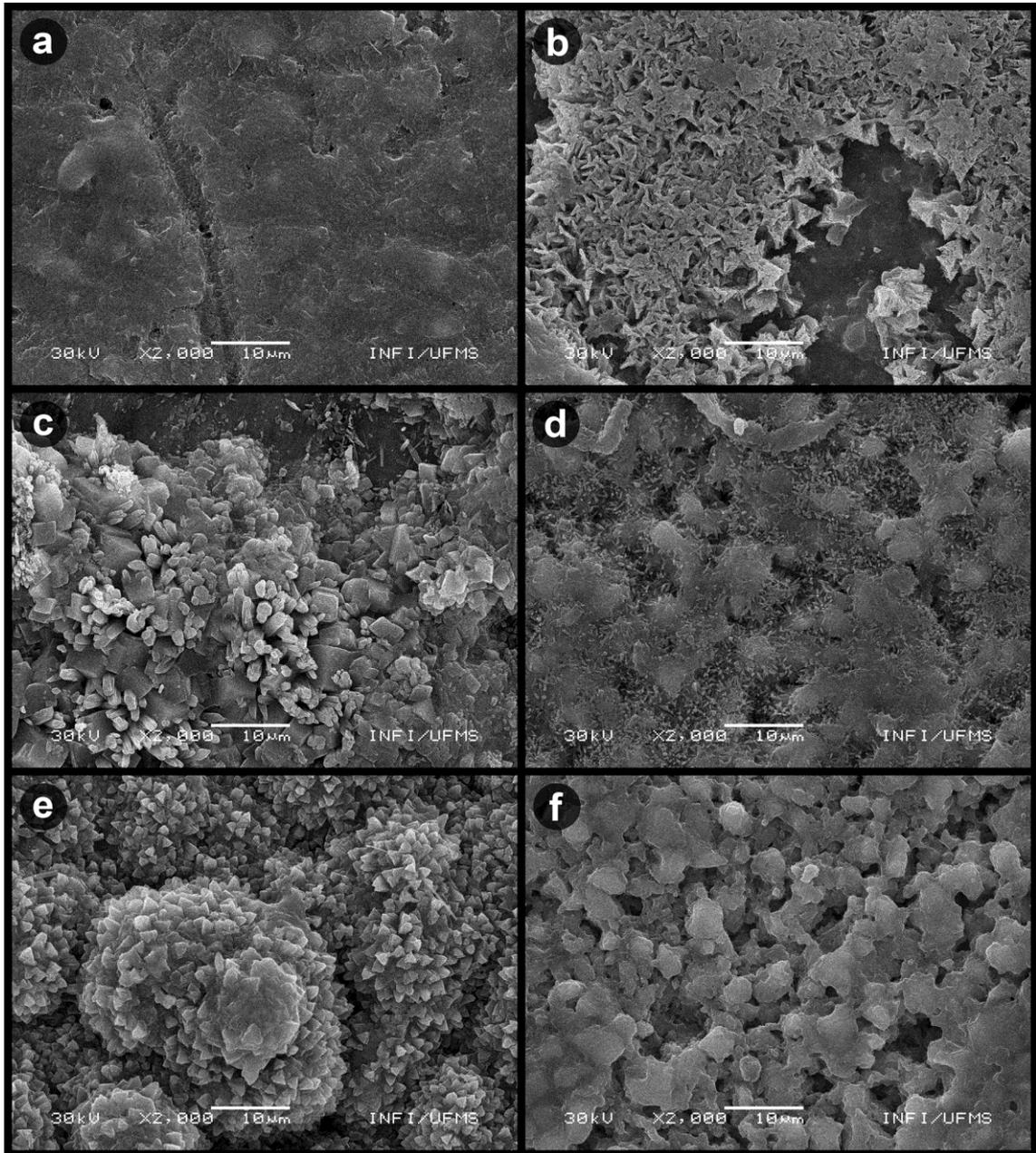
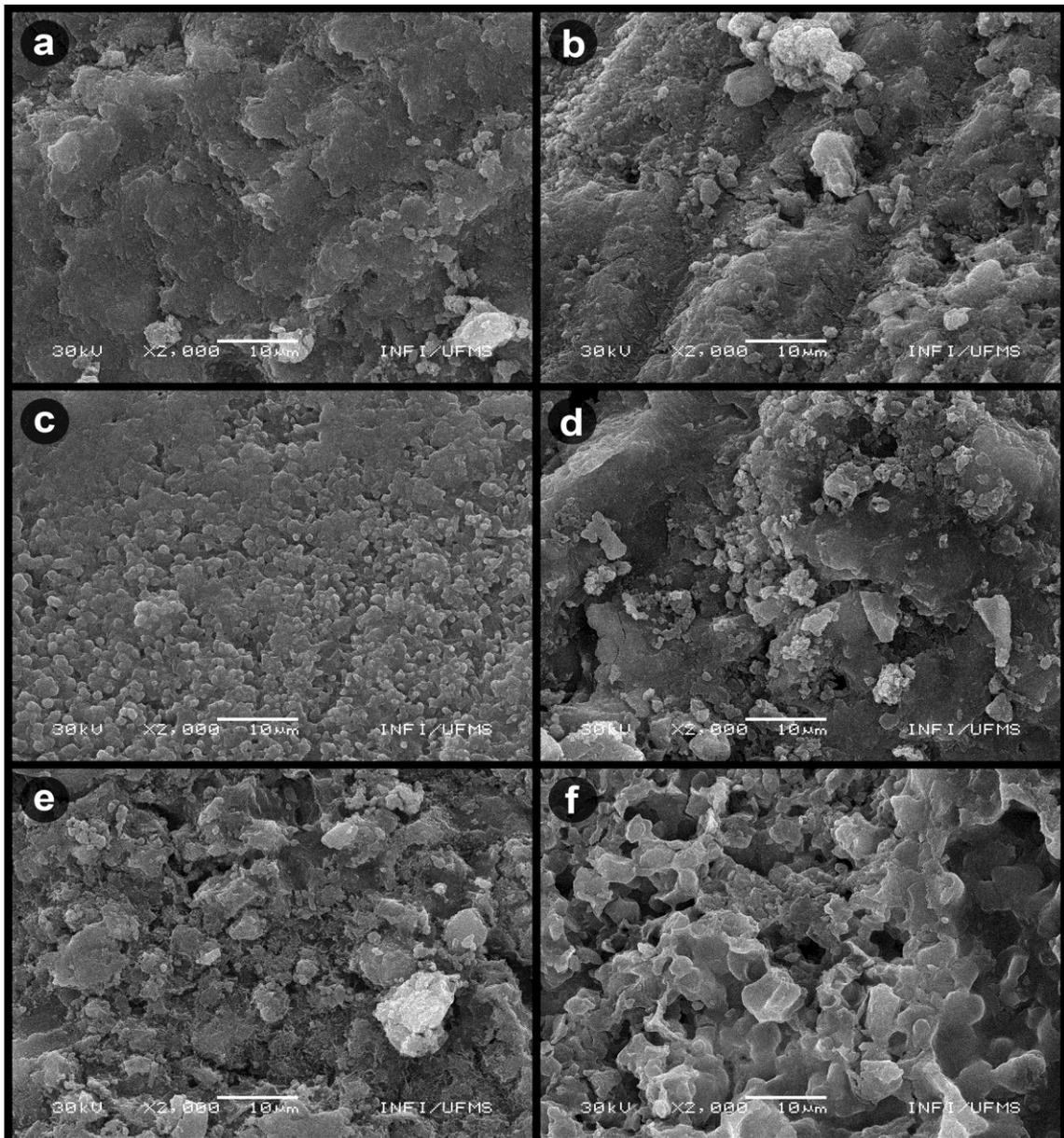


Figura 3 - Fotomicrografias de superfície do silicato tricálcico após 28 dias: a) Ia-manipulado com água destilada e em contato com água destilada; b) Is-manipulado com água destilada e em contato com sangue; c) Ila-manipulado com sangue e em contato com água destilada; d) IIs-manipulado com sangue e em contato com sangue; e) IIIa-manipulado com soro sanguíneo e em contato com água destilada; f) IIIs-manipulado com soro sanguíneo e em contato com sangue.



A contaminação por sangue ou soro determinou diferentes morfologias de superfície quando comparada com o material misturado e exposto água destilada. O grupo Ia apresentou uma superfície amorfa após 7 e 28 dias (2a e 3a), enquanto os outros grupos apresentaram formações cristalinas assimétricas (2b, 2c e 2e) ou um gel amorfo (2f, 3b, 3c, 3d, 3e e 3f), às vezes com formações de cristais aciculares

(2d). Nenhuma correlação qualitativa pôde ser determinada entre a morfologia da superfície e os grupos experimentais.

Gráfico 1 - Microdureza de superfície do silicato tricálcico manipulado com (e em contato com) os contaminantes testados, após 7 e 28 dias. Letras distintas indicam diferenças estatisticamente significantes ($p < 0.05$).

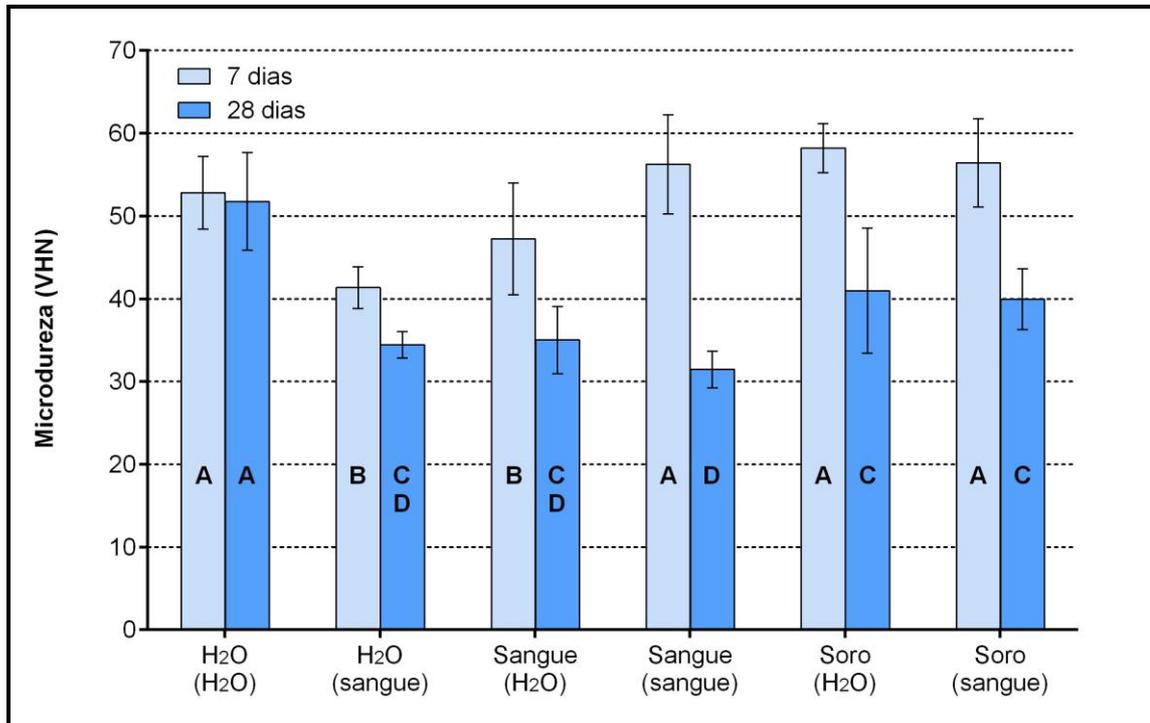


Tabela 1 - Média e desvio-padrão de microdureza superficial dos grupos testados (7 dias), expressos em VHN.

	Cimentos					
	Grupo I (água)	Grupo II (água)	Grupo III (água)	Grupo I (sangue)	Grupo II (sangue)	Grupo III (sangue)
Média	52,83	47,24	58,21	41,35	56,23	56,42
Desvio Padrão	4,38	6,78	2,96	2,53	5,99	5,35

Tabela 2 - Média e desvio-padrão de microdureza superficial dos grupos testados (28 dias), expressos em VHN.

	Cimentos					
	Grupo I (água)	Grupo II (água)	Grupo III (água)	Grupo I (sangue)	Grupo II (sangue)	Grupo III (sangue)
Média	51,50	35,02	40,97	34,45	31,45	39,96
Desvio Padrão	5,90	4,06	7,54	1,60	2,21	3,66

6 DISCUSSÃO

No presente estudo, foram avaliados os efeitos da contaminação por sangue ou soro humanos sobre a morfologia da superfície e microdureza do silicato tricálcico. Embora outras propriedades possam influenciar a microdureza de um material, este teste físico pode ser utilizado como um indicador da resistência mecânica de cimentos à base de silicato, apresentando o grau de hidratação à que foram submetidos durante a reação de presa (LEE et al 2004; NAMAZIKHAH et al 2008; SONG et al 2015).

A escolha de usar sangue humano fresco e soro foi devido aos problemas relatados por Nekoofar et al. (2010a) em seu estudo piloto, que usou contaminantes preservados, provenientes de um serviço de transfusão sanguínea e não obteve sucesso durante a reação de presa do biomaterial.

A manipulação do silicato tricálcico com o sangue ou o soro sanguíneo, bem como a presa das amostras na presença de sangue, causou alterações morfológicas nas suas superfícies, semelhantes aos reportados em estudos anteriores utilizando o MTA (TINGEY et al 2008; NEKOO FAR et al 2010a; NEKOO FAR et al 2011; SALEM MILANI et al., 2013; GUIMARÃES et al., 2015; SONG et al., 2015). As diferenças observadas na formação de cristais e a morfologia da superfície entre os grupos não é possível de ser explicada somente com esses testes, como observado anteriormente (TINGEY et al 2008; SONG et al 2015.). Não foram observadas formações cristalinas na superfície das amostras do grupo Ia, provavelmente devido à falta de eletrólitos no meio (TINGEY et al 2008; CAMILLERI 2011; FORMOSA et al 2012b; GRECH et al 2013.). No entanto, observamos a formação de cristais aciculares no silicato tricálcico manipulado com sangue em contato com sangue (grupo IIs) na avaliação de 7 dias, diferentemente dos resultados encontrados por outros autores que concluíram que as propriedades do material foram afetadas pela falta desses cristais (TINGEY et al., 2008; NEKOO FAR et al., 2010b; NEKOO FAR et al., 2011; SONG et al., 2015).

A morfologia da superfície das amostras observadas no presente estudo não mostrou nenhuma correlação com os valores de microdureza de superfície correspondentes. Outros estudos também não conseguiram encontrar relações entre

as características da superfície do MTA e suas propriedades (NEKOOOFAR et al., 2010a; SALEM MILANI et al., 2013). Aparentemente, os valores mais baixos obtidos para os grupos contaminados quando comparados com o controle estavam ligados ao tempo em contato com os contaminantes, que exerceu pouca influência depois de 7 dias, mas promoveu uma redução na microdureza final aos 28 dias. Um estudo anterior, de Nekoofar et al. (2010a), descobriram resultados conflitantes sobre o MTA branco, onde sua manipulação com sangue apresentou maiores valores de microdureza do que o MTA manipulado com água e exposto ao sangue, deixando de fornecer uma explicação viável e sugerindo que novas investigações sobre o assunto seriam necessárias. Kim et al. (2012) relataram que o MTA manipulado com água destilada não endurecia quando a sua superfície foi exposta ao soro fetal bovino, mas quando manipulado com uma solução de cloreto de cálcio a 10%, a presa acontecia de forma satisfatória. Nós não observamos esta situação durante o desenvolvimento do presente estudo, acredita-se que devido à hidratação mais rápida (e tempos de presa, por consequência, mais baixos) de silicatos de cálcio puros quando comparados ao MTA (CHEN et al., 2009), o qual pode inibir parcialmente os efeitos deletérios de proteínas contaminantes no biomaterial.

Outros estudos relataram que o pH ácido e a pressão de condensação no momento da aplicação também interferem nas propriedades dos cimentos (LEE et al., 2004; NEKOOOFAR et al., 2007). O sangue humano apresenta pH em torno de 7, considerado neutro e a pressão de condensação também foi controlada no momento de preparação das amostras. Consequentemente, as alterações à superfície das nossas amostras não podem ser atribuídas a esses efeitos.

As análises elementais por espectroscopia de energia dispersiva mostraram-se pouco confiáveis, tendo em vista que falharam em detectar a presença de Fe^{++} nas amostras contaminadas por sangue. Isto pode ter sido causado por uma deficiência do equipamento em detectar quantidades pequenas deste elemento nas amostras.

O fato do sangue e o soro sanguíneo não afetarem a presa ou reduzirem grandemente a sua microdureza de superfície após 7 dias, indica que o silicato tricálcico pode ser mais adequado para o uso clínico, especialmente quando um material de resistência mais elevada é necessário em curto prazo.

7 CONCLUSÕES

O sangue e o soro sanguíneo não afetaram a presa ou reduziram grandemente a sua microdureza de superfície após 7 dias. No entanto, a microdureza diminuiu significativamente após 28 dias. Não houve correlação entre a alteração de morfologia da superfície, determinada por diferentes meios de contaminação e a microdureza de superfície.

REFERÊNCIAS¹

Adamo HL, Buruiana R, Schertzer L, Boylan RJ. A comparison of MTA, Super-EBA, composite and amalgam as root-end filling materials using a bacterial microleakag model. *Int Endod J*. 1999;32(3):197-203.

Bajwa NK, Jingarwar MM, Pathak A. Single Visit Apexification Procedure of Traumatically Injured Tooth with a Novel Bioinductive Material (Biodentine). *Int J Clin Pediatr Dent*. 2015;8(1):58-61.

Belío-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.

Bogen G, Kuttler S. Mineral trioxide aggregate obturation: a review and case series. *J Endod*. 2009;35(6):777-90.

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.

¹ De acordo com *Conference International Committee of Medical Journal Editors (Vancouver style - grupo de Vancouver, 1979)*

Camilleri J, Sorrentino F, Damidot D. Investigation of the hydration and bioactivity of radiopacified tricalcium silicate cement, Biodentine and MTA Angelus. *Dent Mater.* 2013;29(5):580-9.

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. Staining Potential of Neo MTA Plus, MTA Plus, and Biodentine Used for Pulpotomy Procedures. *J Endod.* 2015;41(7):1139-45.

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):986-89.

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.

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

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.

Galler KM. Clinical procedures for revitalization: current knowledge and considerations. *Int Endod J.* 2015. doi: 10.1111/iej.12606.

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.* 2012;46(7):632-41.

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

Guimarães BM, Tartari T, Marciano MA, Vivan RR, Mondeli RF, Camilleri J, Duarte MA. 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.

Holland R, De Souza V, Murata SS, Nery MJ, Bernabe PF, Otoboni Filho JA, Dezan Junior E. Healing process of dog dental pulp after pulpotomy and pulp covering with mineral trioxide aggregate or Portland cement. *Braz Dent J.* 2001;12(2):109-13.

Huan Z, Chang J. Novel tricalcium silicate/monocalcium phosphate monohydrate composite bone cement. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2007;82(2):352-9.

Huan Z, Chang J. Effect of Sodium Carbonate Solution on Self-setting Properties of Tricalcium Silicate Bone Cement. *J Biomater Appl.* 2008;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.* 2008;19(8):2913-8.

ISO 9917-1 (2003) Dentistry- Water-based cements- Part 1: powder/liquid acid-base cements. International Standard Organization.

Kim Y, Kim S, Shin YS, Jung I-Y, Lee SJ. Failure of Setting of Mineral Trioxide Aggregate in the Presence of Fetal Bovine Serum and Its Prevention. *J Endod.* 2012; 38(4): 536-40.

Lee S, Monsef M, Torabinejad M. Sealing ability of a mineral trioxide aggregate for repair of lateral root perforations. *J endod.* 1993;19(11):431-4.

Lee YL, Lee BS, Lin FH, Yun Lin A, Lan WH, Lin CP. Effects of physiological environments on the hydration behavior of mineral trioxide aggregate. *Biomaterials*. 2004;25(5):787-793.

Montellano AM, Schwartz SA, Beeson TJ. Contamination of tooth-colored mineral trioxide aggregate used as a root-end filling material: a bacterial leakage study. *J Endod*. 2006;32(5):452-5

Namazikhah MS, Nekoofar MH, Sheykhrezae MS et al. The effect of pH on surface hardness and microstructure of mineral trioxide aggregate. *Int Endod J*. 2008;41(2), 108-16.

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.

Nekoofar MH, Aseeley Z, Dummer PM. The effect of various mixing techniques on the surface microhardness of mineral trioxide aggregate. *Int Endod J*. 2010a;43(4):312-20.

Nekoofar MH, Stone DF, Dummer PM. The effect of blood contamination on the compressive strength and surface microstructure of mineral trioxide aggregate. *Int Endod J*. 2010b;43(9):782-91.

Nekoofar MH, Davies TE, Stone D, Basturk FB, Dummer PM. Microstructure and chemical analysis of blood-contaminated mineral trioxide aggregate. *Int Endod J*. 2011;44(11):1011-8.

Nowicka A, Lipski M, Parafiniuk M et al. Response of Human Dental Pulp Capped with Biodentine and Mineral Trioxide Aggregate. *J Endod*. 2013;39(6):743-47.

Oloomi K, Saberi E, Mokhtari H, Mokhtari Zonouzi HR, Nosrat A, Nekoofar MH, Dummer PM. Evaluation of the effect of blood contamination on the compressive strength of MTA modified with hydration accelerators. *Restor Dent Endod*. 2013;38(3):128-33.

Pitt Ford TR, Torabinejad M, Mckendry DJ, Hong CU, Kariyawasam SP. Use of Mineral Trioxide Aggregate for repair of furcal perforations. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol*. 1995;79(6):756-63.

Rahimi S, Ghasemi N, Shahi S, Lotfi M, Froughreyhani M, Milani AS, Bahari M. Effect of blood contamination on the retention characteristics of two endodontic biomaterials in simulated furcation perforations. *J Endod*. 2013;39(5):697-700.

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.

Salem Milani A, Rahimi S, Froughreyhani M, Vahid Pakdel M. Effect of Blood Contamination on Marginal Adaptation and Surface Microstructure of Mineral Trioxide Aggregate: A SEM Study. *J Dent Res Dent Clin Dental Prospects*. 2013;7(3), 157-63.

Sarkar NK, Caicedo R, Ritwik P, Moiseyeva R, Kawashima I. Physicochemical Basis of the Biologic Properties of Mineral Trioxide Aggregate. *J Endod*. 2005;31(2):97-100.

Shokouhinejad N, Jafargholizadeh L, Khoshkhounejad M, Nekoofar MH, Raof M. Surface microhardness of three thicknesses of mineral trioxide aggregate in different setting conditions. *Restor Dent Endod*. 2014;39(4):253-57.

Soares IML. Resposta pulpar ao MTA - agregado de trióxido mineral - comparado ao hidróxido de cálcio em pulpotomias: histológico em dentes de cães. [PhD Tese]. Florianópolis, SC: Faculdade de Odontologia, UFSC; 1996.

Song M, Yue W, Kim S et al. The effect of human blood on the setting and surface micro-hardness of calcium silicate cements. *Clin Oral Investig*. 2015. doi10.1007/s00784-015-1693-z

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, Higa RK, McKendry DJ, Pitt Ford TR. Dye leakage of four root endfilling materials: effects of blood contamination. *J endod.* 1994;20(4):159-63.

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.

Vanderweele RA, Schwartz SA, Beeson TJ. Effect of blood contamination on retention characteristics of MTA when mixed with different liquids. *J Endod.* 2006;32(5):421-4.

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.

Wucherpfenning AL, Green DB. Mineral trioxide aggregate vs Portland cement: two biocompatible filling materials [abstract]. *J endod.* 1999;25:308.

Zhao W, Chang J. Sol-gel synthesis and in vitro bioactivity of tricalcium silicate powders. *Materials Letters.* 2004;58(19):2350-53.

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.

TERMO DE CONSENTIMENTO LIVRE E ESCLARECIDO

Você está sendo convidado a participar da pesquisa, intitulada "**Efeito da contaminação por sangue ou soro humanos nas propriedades físico-químicas do silicato tricálcico**". Esta pesquisa está sendo conduzida pela pesquisadora Maeve Bülow Domingues.

O que se sabe sobre este assunto, é que o silicato tricálcico apresenta uma grande biocompatibilidade, pois suas estruturas não agridem as estruturas adjacentes, porém o estudo está sendo realizado com o intuito de verificar se o material na presença de sangue ou soro possuirá alterações físico-químicas.

Sua participação nessa pesquisa será como doador de sangue. O sangue será coletado apenas uma vez, em quantidade igual a 15 mililitros (ml). O material coletado será utilizado somente nessa pesquisa.

Você terá o custeio da locomoção até o local para doação (UFMS), e a pesquisadora será responsável por qualquer evento adverso que possa acontecer em decorrência da coleta.

Se você concordar em participar do estudo, seu nome e identidade serão mantidos em sigilo. A menos que requerido por lei, somente o pesquisador, a equipe do estudo e o Comitê de Ética terão acesso a suas informações para verificar as informações do estudo. Você será informado periodicamente do surgimento de informações significativas sobre o assunto da pesquisa.

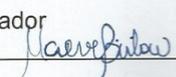
Sua participação no estudo é voluntária, podendo desistir a qualquer momento. Este Termo de Consentimento Livre e Esclarecido será elaborado em duas vias, sendo uma do Pesquisador e outra do Sujeito da Pesquisa.

Para perguntas sobre seus direitos e/ou denúncia como participante no estudo, entrar em contato com o Comitê de Ética em Pesquisa com Seres Humanos da UFMS, no telefone (067) 3345 7187.

Eu, FELIPE HEURIBUS FASSINA DOMINGUES declaro que li e entendi na íntegra esse termo de consentimento livre e esclarecido, tornando-me voluntário, por livre e espontânea vontade, a tomar parte deste estudo.

Assinatura do pesquisado  data 21/08/15

Contato com a pesquisadora Maeve Bülow Domingues – telefones: 3306 0964 ou 9201 2921 – email: maeveodonto@gmail.com

Assinatura do pesquisador  data 21/08/15



PARECER CONSUBSTANCIADO DO CEP

DADOS DO PROJETO DE PESQUISA

Título da Pesquisa: Avaliação do efeito da contaminação por sangue humano ou soro em algumas propriedades físico-químicas do silicato tricálcico

Pesquisador: Maeve Bülow Domingues

Área Temática:

Versão: 2

CAAE: 46913515.3.0000.0021

Instituição Proponente: Universidade Federal de Mato Grosso do Sul - UFMS

Patrocinador Principal: Financiamento Próprio

DADOS DO PARECER

Número do Parecer: 1.209.357

Apresentação do Projeto:

Na clínica da endodontia, na maioria das vezes, o cimento entra em contato com sangue durante ou após a sua colocação, podendo esta contaminação ter um efeito deletério sobre as propriedades físicas e químicas do material utilizado. O mineral trióxido agregado (MTA) é descrito como um cimento na forma de pó contendo finas partículas hidrofílicas que, quando misturado com água, converte-se em um gel coloidal. O silicato tricálcico, alvo desta pesquisa, é o principal componente do MTA, representando aproximadamente 60% do cimento. A fim de se determinar quais são as alterações que o sangue e o soro sanguíneo causam no silicato tricálcico, adotou-se como procedimento metodológico 3 grupos experimentais compostos por silicato tricálcico manipulado com água (grupo I), sangue humano (grupo II) ou soro (grupo III). Serão produzidas 5 amostras para cada grupo nos testes de análise termogravimétrica (TGA), calorimetria exploratória diferencial (DSC), análise térmica diferencial (DTA) e 2 amostras para o grupo de microdureza superficial e microscopia eletrônica de varredura (MEV). O material será colocado em moldes circulares de resina acrílica com 4 mm de diâmetro e 6 mm de altura. Um dos lados do corpo-de-prova será colocado em contato com 0,5 ml de sangue humano, enquanto o lado oposto ficará exposto à água destilada e deionizada. Após isso serão levados em ambiente com 100% de

Endereço: Pró Reitoria de Pesquisa e Pós Graduação/UFMS

Bairro: Caixa Postal 549

CEP: 79.070-110

UF: MS

Município: CAMPO GRANDE

Telefone: (67)3345-7187

Fax: (67)3345-7187

E-mail: bioetica@propp.ufms.br



Continuação do Parecer: 1.209.357

umidade e à temperatura de 37 °C, durante 96 horas. Os procedimentos serão repetidos nos tempos experimentais de 7 e 28 dias e os resultados obtidos serão submetidos à análise estatística. Participará da pesquisa um único sujeito que irá doar 15 mL de sangue, sendo este membro da equipe de execução do projeto, estando plenamente ciente dos procedimentos a serem realizados e dos riscos envolvidos. Este sujeito não será submetido a nenhum tipo de procedimento experimental. O sangue será utilizado única e exclusivamente para contaminar "in vitro" o material a ser testado. O projeto será realizado nos laboratórios de Odontologia, Física e Química da Universidade Federal de Mato Grosso do Sul. Considerando a existência de equipamentos capazes de atender às necessidades do experimento apresentado, bem como pessoal qualificado para executar todas as etapas do projeto.

Objetivo da Pesquisa:

Primário:

Avaliar as alterações que o sangue e o soro sanguíneo causam no silicato tricálcico.

Secundário:

Analisar quantitativamente as alterações físicas e químicas que o sangue e o soro sanguíneo causam no silicato tricálcico, através de testes de análise termogravimétrica, calorimetria exploratória diferencial, análise térmica diferencial, microdureza superficial e microscopia eletrônica de varredura.

Avaliação dos Riscos e Benefícios:

Riscos:

Dor e/ou desconforto durante a coleta de sangue.

Benefícios:

Pretende-se com os resultados da pesquisa entender as reações que ocorrem no material em contato com sangue e soro, permitindo melhorias das propriedades físico-químicas do cimento e, conseqüentemente, o desenvolvimento de um cimento aprimorado para o emprego clínico

Comentários e Considerações sobre a Pesquisa:

A pesquisa é relevante, pois as alterações que o sangue e o soro sanguíneo causam nas propriedades físico-químicas do silicato tricálcico, ainda não foram estabelecidas, sendo este um avanço para a área. O texto esta embasado na literatura científica e atualizado. Os objetivos são viáveis e exequíveis para a metodologia apresentada pois disponíveis e foram doados pelos fabricantes. O pesquisador descreve os procedimentos básicos para a realização dos testes e cita o local onde estão os equipamentos e apresenta autorização dos responsáveis pelos laboratórios.

Endereço: Pró Reitoria de Pesquisa e Pós Graduação/UFMS

Bairro: Caixa Postal 549

CEP: 79.070-110

UF: MS

Município: CAMPO GRANDE

Telefone: (67)3345-7187

Fax: (67)3345-7187

E-mail: bioetica@propp.ufms.br



Continuação do Parecer: 1.209.357

Relata os critérios de inclusão e exclusão do doador de sangue e como será o armazenamento e descarte do material coletado.

Considerações sobre os Termos de apresentação obrigatória:

- Apresentou todos os termos obrigatórios para execução da pesquisa: TCLE e autorização dos laboratórios onde serão realizados os procedimentos

Recomendações:

** retirar o CPF do Termo de Consentimento Livre e Esclarecido

Conclusões ou Pendências e Lista de Inadequações:

- O pesquisador atendeu a todas as solicitações para a realização da pesquisa

Considerações Finais a critério do CEP:

Este parecer foi elaborado baseado nos documentos abaixo relacionados:

Tipo Documento	Arquivo	Postagem	Autor	Situação
Folha de Rosto	folhaderosto.jpg	21/06/2015 21:40:12		Aceito
Projeto Detalhado / Brochura Investigador	silicatotric.pdf	22/06/2015 11:35:27		Aceito
Informações Básicas do Projeto	PB_INFORMAÇÕES_BÁSICAS_DO_P ROJETO_539996.pdf	22/06/2015 11:36:51		Aceito
TCLE / Termos de Assentimento / Justificativa de Ausência	TCLE anexo.doc	06/08/2015 17:35:28		Aceito
Projeto Detalhado / Brochura Investigador	metodologia.doc	06/08/2015 17:36:21		Aceito
Outros	autorizacaofisica.jpg	06/08/2015 17:37:02		Aceito
Outros	autorizacaomev.jpg	06/08/2015 17:37:25		Aceito
Outros	autorizaçãoquimica.jpg	06/08/2015 17:37:44		Aceito
Outros	autorizacaofaodo.jpg	06/08/2015 17:39:06		Aceito
Outros	declaracao.jpg	06/08/2015 17:39:30		Aceito

Endereço: Pró Reitoria de Pesquisa e Pós Graduação/UFMS

Bairro: Caixa Postal 549

CEP: 79.070-110

UF: MS

Município: CAMPO GRANDE

Telefone: (67)3345-7187

Fax: (67)3345-7187

E-mail: bioetica@propp.ufms.br



UNIVERSIDADE FEDERAL DO
MATO GROSSO DO SUL -
UFMS



Continuação do Parecer: 1.209.357

Informações Básicas do Projeto	PB_INFORMAÇÕES_BÁSICAS_DO_P ROJETO_539996.pdf	06/08/2015 17:43:12		Aceito
--------------------------------	--	------------------------	--	--------

Situação do Parecer:

Aprovado

Necessita Apreciação da CONEP:

Não

CAMPO GRANDE, 01 de Setembro de 2015

Assinado por:

**PAULO ROBERTO HAIDAMUS DE OLIVEIRA BASTOS
(Coordenador)**

Endereço: Pró Reitoria de Pesquisa e Pós Graduação/UFMS

Bairro: Caixa Postal 549

CEP: 79.070-110

UF: MS

Município: CAMPO GRANDE

Telefone: (67)3345-7187

Fax: (67)3345-7187

E-mail: bioetica@propp.ufms.br