UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE BAURU

RODRIGO RICCI VIVAN

**Avaliação de algumas propriedades físico-químicas de alguns
materiais retrobturadores**

BAURU
2009

RODRIGO RICCI VIVAN

**AVALIAÇÃO DE ALGUMAS PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS DE ALGUNS
MATERIAIS RETROBTURADORES**

Dissertação apresentada à Faculdade de Odontologia de Bauru, Universidade de São Paulo, como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Odontologia.

Área de concentração: Endodontia
Orientador: Prof. Dr. Ivaldo Gomes de Moraes

BAURU

2009

V836a Vivan, Rodrigo Ricci
Avaliação de algumas propriedades físico-químicas
de cimentos retrobturadores / Rodrigo Ricci Vivan. --
Bauru, 2009.

164 p.: il. ; 30 cm.

Dissertação (Mestrado) -- Faculdade de
Odontologia de Bauru. Universidade de São Paulo.

Orientador: Prof. Dr. Ivaldo Gomes de Moraes

Autorizo, exclusivamente para fins acadêmicos e científicos, a
reprodução total ou parcial desta dissertação/tese, por
processos fotocopiadores e outros meios eletrônicos.

Assinatura:

Data: 10 de fevereiro de 2009.

DADOS CURRICULARES

Rodrigo Ricci Vivan

Nascimento	02 de dezembro de 1981 Botucatu – SP
Filiação	José Marcondes Vivan e Maria Rosa Ricci
2000-2005	Graduação em Odontologia na Universidade do Sagrado Coração Bauru – SP
2006-2007	Curso de Especialização em Endodontia na Associação Paulista de Cirurgiões Dentistas – Regional Bauru
2007-2009	Curso de Pós-Graduação em Endodontia, nível de mestrado, na faculdade de Odontologia de Bauru da Universidade de São Paulo
Associações	Associação Paulista de Cirurgiões Dentistas – Regional Bauru Sociedade Brasileira de Pesquisa Odontológica – SBPqO Grupo Bauruense de Endodontia

Dedicatória

Dedicatória

Ao meu pai, *José Marcendes*, pela educação e preocupação que sempre teve comigo. Agradeço pela paciência e pela compreensão para que eu pudesse realizar meu grande sonho. Obrigado por ser o grande alicerce de minha vida em todos os momentos, principalmente nessa etapa, onde precisei muito de sua ajuda. Enfim, muito obrigado por tudo que fez por mim. Esse trabalho também é seu, e também quero que saiba que o amo muito e rezo todos os dias para que seja muito feliz.

À minha mãe, *Maria Rosa*, pela vida e por entender minhas ausências durante todo esse tempo. Saiba que a amo muito e que rezo todos os dias para que seja muito feliz.

À minha namorada, *Gabriela*, uma pessoa muito especial que conheci durante o mestrado. Muito obrigado por sempre estar ao meu lado, me incentivando e compartilhando minhas conquistas. Te amo! Agradeço também a sua família, *Vivaldo*, *Rosana* e *Bianca*, que me acolheram em sua casa como se fosse um filho. Muito obrigado!

A vocês dedico esse trabalho realizado com muito amor e satisfação.

Aos meus avós paternos, *Antônio e Maria do Carmo (in memorian)*, pelo carinho que sempre tiveram comigo. Em especial à minha avó, que sempre se preocupou com minha formação, e que me guiou ai da casa do papai do céu. A senhora também faz parte de mais essa etapa da minha vida. Amo vocês!

Aos meus avós maternos, *Victor (in memorian)* e *Augusta*, pela minha educação e pelo carinho que sempre tiveram comigo, como se fosse um dos seus filhos. Muito obrigado por tudo. Amo vocês!

Aos meus tios, *Edson e Miriam*, pelo apoio e carinho que sempre me deram. Vocês sempre me apoiaram e acreditaram que eu conseguiria atingir meu objetivo. E à minha prima, *Daniela*. Tenho um carinho muito especial por vocês.

Aos meus tios *José Roberto Ricci, Almir Aparecido Ricci, Paulo Sérgio Ricci*. Não tenho palavras para agradecer o que fizeram pela minha pessoa. Vocês me educaram e me trataram como se fosse um filho. Agradeço todos os dias a **DEUS** por ter passado parte da minha vida ao lado de vocês e por fazerem parte da minha família. A minhas tias *Silvana, Mara e Madalena* por me aceitarem como um membro da família. E, por fim, aos meus primos *Gustavo, Cibele, Ana Paula e Ana Laura*. Amo todos vocês!

A uma pessoa muito especial, meu tio *Vitor*, pra mim sempre "*Vitinho*".
Você é o irmão que não tive e quero que saiba que tenho uma admiração muito grande por você. Tenho certeza que conseguirá um futuro brilhante. Esse trabalho também é seu. Muito obrigado pelo carinho que tem por mim.

Ao meu tio, *Marco Vivan*, pela forma com que sempre me cuidou e se preocupou comigo. Hoje, mesmo à distância, mantenho minha admiração e carinho pelo senhor. Muito obrigado! Saudades.

A minha prima *Eliane* e ao seu marido "*Tuba*". Tenho um carinho muito grande por vocês, em especial a "*Li*". Muito obrigado pelo carinho com que cuidava de mim, como se fosse um filho. E aos seus filhos *Rafael, Miguel e Mariana*. Tenho muita admiração por vocês.

Obrigado pela compreensão e apoio durante toda minha vida!

Agradecimento Especial

Agradecimento Especial

A *Deus* pela vida, pela benção de uma família maravilhosa. Agradeço também as pessoas que colocou em meu caminho, que sem dúvida foram determinantes em minha formação profissional, e principalmente pessoal, pelos exemplos de vida. Enfim, agradeço por estar ao meu lado em todos os momentos da minha vida, sempre me guiando e me protegendo. Muito obrigado meu *Deus!*

Muito obrigado Senhor!

Agradecimentos

Agradecimentos

Ao meu orientador, *Prof. Dr.IVALDO GOMES DE MORAES*, pela paciência, amizade, conselhos e orientação segura durante a realização desse trabalho. Sempre sonhei em fazer mestrado na USP, mas DEUS me concedeu graça maior: a que fosse seu orientado. Durante esses dois anos que estivemos juntos, pude aprender muitas coisas, não somente Endodontia, mas coisas para a vida. A maneira que sabe colocar as palavras na hora certa, o faz ser a pessoa querida no meio acadêmico. Gostaria somente de agradecer por tudo que me ensinou e o que fez por mim, por me deixar fazer parte em alguns instantes como se fosse um membro de sua família. Espero continuar próximo ao senhor, para que consiga levar ao meio odontológico esse material tão estudado e cientificamente comprovado de sua capacidade. Espero não tê-lo decepcionado.

Ao *Prof. Dr. Clevis Monteiro Bramante*, pela confiança em mim depositada e pela oportunidade de crescer profissionalmente, ao lado de um dos ícones da Endodontia e pelo exemplo de amor e dedicação à especialidade. Muito obrigado!

Aos *Profs. Drs. Roberto Brandão Garcia e Norberti Bernardineli* pelos ensinamentos e conhecimentos transmitidos, importantes na minha formação clínica e científica. Muito obrigado!

Ao *Prof. Dr. Marco Antonio Hungaro Duarte*, mais conhecido como "*Sal*". Meu grande amigo e orientador. Serei eternamente grato por tudo que fez por mim. O senhor sabe que se não fosse sua ajuda não teria realizado mais essa etapa de minha vida. Muito obrigado por sempre me incentivar em realizar meu sonho de ser professor de Endodontia. Não tenho como descrever a amizade e confiança que tenho com o senhor. Agradeço todos os dias a **DEUS** por ter colocado uma pessoa como o senhor em minha vida. Já é um dos ícones da Endodontia nacional, e sabe que, num futuro bem próximo estará no lugar que merece. Fica aqui minha admiração e gratidão ao senhor. Será sempre meu eterno orientador!

Aos professores de Endodontia da Universidade do Sagrado Coração, *Prof. Dr. Marco Antonio Hungaro Duarte*, *Prof. Dr. Milton Carlos Kuga*, *Prof. Dr. José Carlos Yamashita*, *Profª Drª Eliane Cristina Gullin de Oliveira* e *Prof. Dr. Sylvio de Campos Fraga* pelos ensinamentos durante a graduação.

Aos demais professores que compunham a equipe da APCD – Regional Bauru, *Prof. Dr. Mário Tanomaru Filho* e *Prof. Marcelo Pimini*, pelos ensinamentos e orientações.

Aos colegas de mestrado, *Fabiana, Marcela, Natasha, Paulo, Renald, Tatiana*, em especial aos grandes amigos *Ericson e Molina* pela grande amizade e ajuda durante essa caminhada. E ao amigo *Renald*, pela oportunidade que me proporcionou de conhecer um grande congresso de Endodontia. Muito obrigado à todos!

Aos colegas de doutorado, *Ricardo, Jairo, Fausto, Fernando, Livia e Renan* pela amizade e ajuda durante o mestrado.

Aos amigos *Murillo, Barros, Bruno, Chamorro, Bruno, Siqueira, Marcelo, Cherubim, Fernando, Miquita, Gustavo, Albuquerque, Daniel, Bellodi, Carol, Issa e Renata, Pereira*. Agradeço a vocês por toda a amizade e ajuda desde a época da faculdade. Muito obrigado!

À *D. Neide*, uma pessoa muito especial, uma grande amiga. Muito obrigado pela convivência harmoniosa e pelo carinho que sempre teve comigo. Muito obrigado!

Ao *Edimauro de Andrade*, pela amizade construída durante esses 2 anos e por toda ajuda concedida durante a realização dos trabalhos. Muito obrigado!

Aos demais funcionários do departamento de Endodontia, *Suely, Patricia e Cleide*, pela ótima convivência durante esse tempo.

Muito obrigado a todos!

Agradecimentos Institucionais

Agradecimentos Institucionais

À Faculdade de Odontologia de Bauru, da Universidade de São Paulo, na pessoa do Diretor, *Prof. Dr. Luiz Fernando Pegoraro*, e em especial à Disciplina de Endodontia desta faculdade.

À Comissão de Pós-graduação da Faculdade de Odontologia de Bauru, na pessoa da Presidente, *Prof^a Dr^a Maria Aparecida de Andrade Moreira Machado*.

Ao setor de Biblioteca e Documentação da FOB-USP por todo apoio e presteza durante a elaboração deste trabalho.

À CAPES, pelo apoio financeiro fornecido para a elaboração e concretização deste trabalho.

Resumo

RESUMO

Foram avaliadas algumas propriedades físico-químicas, como o pH, liberação de íons cálcio, tempo de presa, solubilidade e radiopacidade de 3 cimentos a base do agregado de trióxido mineral, clínquer do cimento Portland e um epóxico experimental. Foram avaliados os cimentos MTA Angelus branco, MTA Bio, cimentos experimentais, MTA fotopolimerizável e Sealepox RP e o Clínquer de cimento Portland acrescido de 20% de óxido de bismuto e 5% de sulfato de cálcio. Para as avaliações do pH e da liberação de íons cálcio foram utilizados tubos de polietileno com 1,0 mm de diâmetro interno e 10,0 mm de comprimento, com apenas uma das extremidades aberta. Esses tubos foram preenchidos com os cimentos e imediatamente imersos em tubos de ensaio contendo 10 mL de água deionizada, onde permaneceram durante todo o período experimental. Realizaram-se avaliações nos períodos de 3, 24, 72 e 168 horas, sempre se renovando a água deionizada ao final de cada período. Os ensaios de tempo de presa, solubilidade e radiopacidade, foram realizados conforme a norma #57 da ADA. Em relação ao tempo de presa, também foi utilizada a agulha de Gilmore de 453,6 g, para a presa final, conforme recomenda a norma #C266-03 da ASTM. Os resultados demonstraram que todos os cimentos apresentaram pH alcalino e liberaram íons cálcio em todos os períodos, com tendência de redução nos períodos finais. Quanto aos tempos de presa, os cimentos MTA Angelus branco e o cimento experimental MTA Bio apresentaram os menores tempos. Já o Clínquer apresentou valores intermediários, e o Sealepox RP, apresentou os tempos mais longos. O cimento MTA fotopolimerizável, por suas características próprias, não foi submetido a esse teste. Em relação ao ensaio de solubilidade, o cimento que mais se aproximou das recomendações da ADA, foi o Sealepox RP, com valores próximos a 1%, enquanto que os cimentos MTA Angelus branco, MTA Bio e o Clínquer acrescido ao radiopacificador e sulfato de cálcio apresentaram valores maiores. O MTA fotopolimerizável apresentou valores menores. Em relação à radiopacidade, a maioria dos cimentos estudados apresentou valores

superiores à da dentina, com resultados semelhantes entre si, com exceção do MTA fotopolimerizável, que apresentou valor próximo ao da dentina.

Palavras-chave: Endodontia; materiais retrobturadores; propriedades físico-químicas.

Abstract

ABSTRACT

Evaluation of some physicochemical properties of retrograde filling

Some properties had been evaluated physicochemical, such as pH, release of calcium ions, setting time, solubility and radiopacity of 3 retrograde filling the base of the aggregate of mineral trioxide, to clínquer of the Portland cement and an experimental epoxy sealer. Experimental cements MTA white Angelus, MTA Bio, light-curing MTA and Sealepox RP and the Clínquer of cement Portland increased of 20% of bismuth oxide and 5% of calcium sulphate had been evaluated. For the evaluations of pH and the release of calcium ions had been used polyethylene pipes with 1,0 mm of internal diameter and 10,0 mm of length, with only one of the extremities open. These pipes had been filled with cements and immediately immersed in pipes of 10 assay I contend mL of distilled water, where they had remained all during the experimental period. Evaluations in the periods of 3, 24, 72 and 168 hours, always if renewing the distilled water to the end of each period. The assays of setting time, solubility and radiopacity, had been carried through in agreement the norm #57 of the ADA. In relation to the setting time, also g was used the needle of Gilmore of 453,6, for the final canine tooth, as it recommends to the norm #C266-03 of the ASTM. The results had demonstrated that all the cements had presented pH alkaline and had liberated calcium ions in all the periods, with trend of reduction in the final periods. How much to the setting time, cements MTA white Angelus and experimental cement MTA Bio had presented the lesser times. Already the Clínquer presented intermediate values, and Sealepox RP, presented the times longest. Light-curing cement MTA, by its proper characteristics, was not submitted to this test. In relation to the solubility assay, the cement that more was come close to the recommendations of the ADA, was Sealepox RP, with next values 1%, whereas cements MTA white Angelus, MTA Bio and the Clínquer increased to the bismuth oxide and calcium sulphate had presented bigger values. The light-curing MTA presented less resulted . In relation to the

radiopacity, the majority of studied cements presented more values to the one of the dentine, with similar results between itself, exception of the light-curing MTA, that presented value next to the one to the dentine.

Keywords: Endodontics; retrograde filling; physicochemical properties.

Lista de Figuras

LISTA DE FIGURAS

FIGURAS

- Figura 1** - Gráfico representativo da variação das médias do pH dos cimentos avaliados, em função do tempo 120
- Figura 2** - Gráfico representativo da variação das médias da liberação de íons cálcio dos cimentos avaliados, em função do tempo 123
- Figura 3** - Gráfico representativo da solubilidade dos cimentos avaliados..... 128
- Figura 4** - Gráfico representativo da radiopacidade dos cimentos avaliados 129

QUADRO

- Quadro I** - Grupos de acordo com os materiais utilizados..... 109

Lista de Tabelas

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Médias e desvios padrão do pH dos cimentos estudados	119
Tabela 2 - Comparações individuais pelo teste de Miller do pH dos cimentos no período de 3 horas	121
Tabela 3 - Comparações individuais pelo teste de Miller do pH dos cimentos no período de 24 horas	121
Tabela 4 - Comparações individuais pelo teste de Miller do pH dos cimentos no período de 72 horas	122
Tabela 5 - Comparações individuais pelo teste de Miller do pH dos cimentos no período de 168 horas	122
Tabela 6 - Médias e desvios padrão da liberação de íons cálcio dos cimentos estudados...	123
Tabela 7 - Comparações individuais pelo teste de Miller da liberação de íons cálcio dos cimentos no período de 3 horas	124
Tabela 8 - Comparações individuais pelo teste de Miller da liberação de íons cálcio dos cimentos no período de 24 horas	124
Tabela 9 - Comparações individuais pelo teste de Miller da liberação de íons cálcio dos cimentos no período de 72 horas	125
Tabela 10 - Comparações individuais pelo teste de Miller da liberação de íons cálcio dos cimentos no período de 168 horas	125
Tabela 11 - Média dos tempos de presa inicial e final dos cimentos avaliados	126
Tabela 12 - Comparações individuais pelo teste de Tukey do tempo de presa inicial.....	126
Tabela 13 - Comparações individuais pelo teste de Tukey do tempo de presa final	127
Tabela 14 - Médias da solubilidade dos cimentos estudados	127
Tabela 15 - Médias e desvios padrão da radiopacidade dos cimentos estudados	128
Tabela 16 - Comparações individuais, pelo teste de Tukey, da radiopacidade dos cimentos estudados e da dentina	129

Lista de Símbolos e Abreviaturas

LISTA DE SÍMBOLOS E ABREVIATURAS

%	por cento
MTA	Mineral Trioxide Aggregate
IRM	Intermediate Restorative Material
®	marca registrada
EBA	Etoxibenzoic Acid
MBPc	Moraes e Berbert Pasta cirúrgica
M.E.V	microscópio eletrônico de varredura
pH	potencial hidrogeniônico
Ca ²⁺	íon cálcio
UNESP	Universidade Estadual Paulista
USP	Universidade de São Paulo
MG	miligrama
dL	decilitro
CRCS	Calcibiotic Root Canal Sealer
EDTA	ácido etileno diamino tetracético
ADA	American Dental Association
#	número
°C	graus Celsius
cm	centímetro
mm	milímetro
min	minuto
µm	micrometro
Fig	figura
G	grama
L	litro
±	mais ou menos
H	hora
S	segundo
X	vezes
ISO	International Standards Organization
ASTM	American Society for Tests and Materials
mm de Al	milímetros de alumínio

Sumário

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	59
2	REVISÃO DE LITERATURA.....	67
2.1	O PAPEL DO pH.....	69
2.2	O PAPEL DO CÁLCIO.....	71
2.3	RELAÇÃO DO pH E ÍONS CÁLCIO COM A AÇÃO DO MTA.....	72
2.4	DA DETERMINAÇÃO DO pH E A LIBERAÇÃO DE ÍONS CÁLCIO.....	73
2.5	DA ANÁLISE DA SOLUBILIDADE E DO TEMPO DE PRESA.....	83
2.6	RADIOPACIDADE.....	90
2.7	MTA FOTOPOLIMERIZÁVEL.....	92
2.8	SEALEPOX RP.....	93
3	PROPOSIÇÃO.....	99
4	MATERIAL E MÉTODOS.....	103
4.1	MATERIAL.....	105
4.1.1	MTA Angelus branco (<i>Angelus</i>).....	105
4.1.2	MTA experimental (MTA Bio – Angelus).....	106
4.1.3	MTA fotopolimerizável experimental (Bisco).....	106
4.1.4	Sealepox RP (Disciplina de Endodontia FOB-USP).....	107
4.1.5	Clínquer de cimento Portland acrescido de 5% de sulfato de cálcio e 20% de óxido de bismuto.....	108
4.2	MÉTODOS.....	109
4.2.1	Análise do pH e liberação de íons cálcio.....	109
4.2.1.1	Determinação do pH.....	110
4.2.1.2	Determinação da liberação de íons cálcio.....	110
4.2.2	Determinação do tempo de presa.....	111
4.2.3	Determinação da solubilidade.....	112
4.2.4	Radiopacidade.....	113
5	RESULTADOS.....	117
5.1	ANÁLISE DO pH.....	119
5.2	LIBERAÇÃO DE ÍONS CÁLCIO.....	123
5.3	TEMPO DE PRESA.....	126
5.4	SOLUBILIDADE.....	127
5.5	RADIOPACIDADE.....	128
6	DISCUSSÃO.....	131
6.1	DA METODOLOGIA.....	133
6.2	DOS RESULTADOS.....	140
7	CONCLUSÕES.....	149
	REFERÊNCIAS.....	153

1 Introdução

1 INTRODUÇÃO

Já há algum tempo, a endodontia vem sofrendo um processo de evolução muito grande. Assim, procedimentos que outrora eram realizados de forma empírica, hoje estão alicerçados em bases científicas, procurando apoiar-se nas respostas biológicas e no conhecimento de como os materiais utilizados nos tratamentos interagem com os tecidos apicais e periapicais.

Apesar dessa grande evolução técnico-científica, infelizmente o tratamento endodôntico convencional ainda não possibilita a obtenção do sucesso total. Algumas situações clínicas, como a presença de um instrumento fraturado, perfurações radiculares, calcificações e variações anatômicas severas podem dificultar ou, até mesmo, impossibilitar o sucesso do tratamento endodôntico convencional. (BRAMANTE et al., 2003). Da mesma forma, a possibilidade da existência de biofilmes periapicais ou de alguns outros fatores irritantes pode dificultar o sucesso do tratamento via canal. Frente a essa situação, o profissional recorre ao procedimento cirúrgico como último recurso terapêutico.

Até a década de 70 a cirurgia parendodôntica apresentava índices de sucesso que variavam de 50% a 70%. (RUD; ANDREASEN; JENSEN, 1972). Esses valores estariam relacionados aos procedimentos operacionais e aos materiais utilizados no selamento das cavidades retrógradas. Com base naquele estudo, a comunidade científica começou a realizar pesquisas para a avaliação dos procedimentos e, principalmente, dos materiais utilizados, uma vez que os mesmos permanecem em contato íntimo e permanente com os tecidos apicais e periapicais.

Assim, os materiais retrobturadores devem apresentar propriedades ideais, tanto físico-químicas quanto biológicas, para que se obtenha o melhor resultado quando de suas aplicações. Tais propriedades englobam um bom selamento marginal, estabilidade dimensional, insolubilidade frente aos fluídos tissulares, boa radiopacidade, fácil manipulação e inserção, tempo de presa

curto, atividade antimicrobiana, biocompatibilidade, e, se possível, estimular o processo de reparo tecidual.

Até o momento, não há um material retrobturador que reúna todas as propriedades ideais exigidas do mesmo. Por isso, há uma busca incessante por parte dos pesquisadores para o desenvolvimento de um material que se aproxime, ao máximo, do ideal.

Alguns materiais já foram propostos como retrobturadores, e, dentre eles, podem ser ressaltados o amálgama de prata (MESSING, 1967), a guta-percha (MARCOTTE; DOWSON; ROWE, 1975), os cimentos à base de óxido de zinco e eugenol (GARTNER; DORN, 1992), os cimentos com hidróxido de cálcio (LUIZ, 2002, TANOMARU-FILHO, 1998) e os cimentos à base de agregado de trióxido mineral. (TORABINEJAD et al., 1993, HOLLAND et al., 1999, HOLLAND et al., 2002).

Na atualidade, o material mais estudado e mais utilizado em obturações retrógradas é o MTA (agregado de trióxido mineral). Desde sua introdução na Odontologia, em 1993, esse material tem sido objeto de muitos estudos, quer seja para conhecer seus reais componentes, quer seja para tentar melhorar suas propriedades físicas, principalmente. Suas indicações também foram ampliadas passando, daquela inicial, de selar em definitivo as comunicações entre a cavidade pulpar e o periodonto, para material retrobturador, capeador em pulpotomias, proteções pulpares diretas, reabsorções dentárias internas e externas, rizogênese incompleta, como *plug* apical, em fraturas dentárias e obturação dos canais radiculares. (JACOBOWITZ; DE LIMA, 2008, PACE; GIULIANI; PAGAVINO, 2008, OLIVEIRA et al., 2008, SRINIVASAN; WATERHOUSE; WHITWORTH, 2009).

Em relação às suas propriedades físico-químicas, o MTA tem demonstrado ser um bom selador marginal (LEE et al., 1993, TORABINEJAD et al., 1993), possui alcalinidade (TORABINEJAD et al., 1995; DUARTE et al., 2003), boa radiopacidade. (TORABINEJAD et al., 1995). Juntamente com essas excelentes propriedades físico-químicas, o MTA tem proporcionado respostas teciduais com resultados muito semelhantes aos encontrados com o uso do hidróxido de cálcio, inclusive, induzindo a deposição de tecido mineralizado sobre sua superfície. (LUIZ, 2002). Todavia, a dificuldade de sua

manipulação fez com que alguns pesquisadores alterassem sua composição adicionando-lhe outros componentes. Aditivos foram incluídos ao MTA visando diminuir seu tempo de presa (ABDULLAH et al., 2002, BORTOLUZZI, et al., 2006), chegando inclusive ao surgimento do MTA fotopolimerizável. (GOMES-FILHO et al., 2008).

À época do seu lançamento, em 1995, pela *Dentsply/Tulsa*, quando recebeu a denominação de ProRoot MTA, o fabricante descrevia-o como possuidor das seguintes substâncias: silicato tricálcico, silicato dicálcico, aluminato tricálcico, ferroaluminato tetracálcico, além de outros óxidos em menor quantidade.

Todavia em 1999, Wucherpfenning e Green publicaram um *abstract*, onde concluíram que o MTA e o cimento Portland eram semelhantes macro e microscopicamente. Posteriormente a *Dentsply/Tulsa* passou a informar na bula a presença de 75% de cimento Portland, 5% de sulfato de cálcio di-hidratado e 20% de óxido de bismuto. Estrela et al., em 2000, analisaram os elementos químicos do cimento Portland e do MTA e concluíram que o cimento Portland contém os mesmos elementos químicos do MTA, com exceção do óxido de bismuto. A partir deste trabalho, vários foram realizados com a mesma finalidade. (CAMILLERI et al., 2005, DAMMASCHKE et al., 2005, DEAL et al., 2002, FERREIRA et al., 2005, FUNTEAS; WALLACE; FOCHTMAN, 2002, GUARIENTI; OSINAGA; FIGUEIREDO, 2002, ISLAM; CHNG; YAP, 2006b, SONG et al., 2006). Outros trabalhos foram realizados comparando o MTA com o cimento Portland, analisando e verificando a similaridade quando utilizados em tecido subcutâneo de ratos (HOLLAND et al., 2001a), em capeamentos pulpares (ACCORINTE et al., 2009), em pulpotomias de dentes de cães (HOLLAND et al., 2001b, MENEZES et al., 2004), em obturações de canais radiculares de dentes de cães (HOLLAND et al., 2001c), quando implantados em mandíbulas de cobaias (SAIDON et al., 2002), em retrobturações de canais radiculares de dentes de cães. (BERNABÉ; HOLLAND, 2004).

Sabendo que a composição do material era basicamente o cimento Portland, a empresa brasileira Angelus, em 2003, desenvolveu e introduziu no mercado nacional um produto denominado MTA Angelus, também de cor cinza. Esse material é basicamente o mesmo do importado, porém, com ausência do

sulfato de cálcio di-hidratado. Um ano mais tarde, a referida empresa lançou o mesmo cimento com a coloração próxima à do dente, denominado MTA Angelus branco. Os constituintes são os mesmos do MTA Angelus cinza, porém, com uma menor quantidade de ferroaluminato tetracálcico na composição do clínquer do cimento Portland, a partir do qual é fabricado.

Em 2006, um novo MTA (experimental) foi desenvolvido pela Angelus, denominado MTA Bio. Segundo o fabricante, o produto apresenta um grau de pureza superior, uma vez que a matéria prima utilizada não é o cimento Portland, utilizado normalmente na formulação do MTA, até então encontrado. Também, foram, melhoradas as condições de manipulação do MTA, propriedade essa que não alcançava satisfação de quem o utilizava. Alguns trabalhos foram realizados comparando-o ao MTA Angelus e ao cimento Portland, em relação às propriedades físico-químicas (DE-DEUS et al., 2007, DE-DEUS et al., 2008), e biológicas. (LESSA et al., 2006).

Recentemente, foi desenvolvido pela empresa Bisco (EUA) um MTA fotopolimerizável, ainda em fase experimental, composto por AeroSil, resina hidrofílica biocompatível, componentes ativos do MTA e sulfato de bário. Alguns trabalhos considerando suas propriedades biológicas foram realizados. (GOMES-FILHO et al., 2008, COSTA, 2008).

Sabe-se que o mecanismo de ação do MTA é semelhante ao do hidróxido de cálcio. (HOLLAND et al., 2001). Segundo esses autores o óxido de cálcio presente no MTA reagiria com os fluidos teciduais produzindo hidróxido de cálcio, que por sua vez dissociar-se-ia em íons cálcio e hidroxila.

O hidróxido de cálcio tem sido acrescentado aos cimentos obturadores, por ser uma substância com efeitos biológicos que contribuem para o reparo apical e periapical. Seu pH alcalino e a liberação de íons cálcio atuam em nível tecidual estimulando e acelerando o processo de reparo. (ESTRELA et al., 1994, SEUX et al., 1991). Porém, apesar de sua ótima biocompatibilidade, os cimentos comerciais, nos quais o hidróxido de cálcio tem sido acrescentado, não têm apresentado boas propriedades físico-químicas, principalmente, em relação à solubilidade, considerada alta. (HOLLAND et al., 1995).

Além dos materiais à base de agregado de trióxido mineral, um outro material vem sendo desenvolvido na disciplina de Endodontia da Faculdade de Odontologia de Bauru - USP. Trata-se de um cimento epóxico com hidróxido de cálcio, denominado Sealepox RP, sucessor do MBPc. Esse material é resultado de pesquisas desenvolvidas pelo Prof. Dr. Ivaldo Gomes de Moraes, com o objetivo de reunir as excelentes propriedades físico-químicas de um cimento à base de resina epóxica, juntamente com as ótimas propriedades biológicas do hidróxido de cálcio.

O MBPc já foi testado em relação às suas propriedades físico-químicas (PAVAN, 1999, SILVA-NETO et al., 2003, SILVA-NETO et al., 2005, VASCONCELOS, 2006, OROSCO, 2007), quanto à infiltração bacteriana (SIQUEIRA et al., 2004), frente à implantação de tubos de polietileno em alvéolo de dentes de ratos (CINTRA et al., 2006), em relação à citotoxicidade (MIRANDA, 2007) e ação antimicrobiana (PEÑA, 2006), tendo apresentado excelentes resultados em todos os testes.

Sabe-se, também, que as respostas biológicas de um material estão na dependência de algumas de suas propriedades físico-químicas. Uma vez que o material apresente um pH compatível com o organismo, liberação de íons cálcio e hidroxila, solubilidade e tempo de presa satisfatórios, e um bom selamento marginal, esse material apresentará boas propriedades biológicas. Diante disso, torna-se necessário a realização de testes físico-químicos para esclarecer e corroborar com os resultados biológicos descritos na literatura.

O pH e a liberação de íons cálcio são propriedades importantes, uma vez que estão diretamente relacionadas com os processos de mineralização (SEUX et al., 1991, ESTRELA et al., 1994), além da atividade antimicrobiana. (KONTAKIOTIS, et al., 1995).

O tempo de presa é uma propriedade físico-química muito importante para um bom material retrobturador. Se ele for muito alto, dependendo de outras características do material, as possibilidades de contração, deslocamento, solubilização são maiores, assim como o contato com os fluídos teciduais, podendo tornar-se irritante ou de aumentar o risco de uma possível infiltração, seja marginal ou no interior do próprio material. Porém, se o mesmo for possuidor de substâncias importantes biologicamente, esse material não

deverá endurecer imediatamente, para que sua ação se faça por um determinado tempo, com conseqüente liberação de íons cálcio e hidroxila.

Outra propriedade, não menos importante, também controversa, é a solubilidade. Define-se a solubilidade como a capacidade de determinada substância dissolver-se num líquido. Clinicamente, é importante que um material retrobturador não tenha uma solubilidade exagerada, uma vez que, poderá acarretar em um aumento da infiltração, ou, até mesmo, provocar o deslocamento do material da cavidade. Por outro lado, o mesmo não deve ser totalmente insolúvel, pelo menos por um determinado tempo, para que possa ocorrer a liberação de íons cálcio e hidroxila, como já descrito acima.

Por fim, para que um material, principalmente em pequenas proporções, como no caso de obturações retrógradas, possa ser visualizado radiograficamente, deve possuir em sua composição, pelo menos, um componente que lhe ofereça uma boa radiopacidade, que permitirá controlar o preenchimento da cavidade, bem como a sua visualização nos futuros controles radiográficos.

Muitas foram as tentativas de pesquisadores para se aproximar de um cimento retrobturador ideal, criando alguns ou realizando modificações em outros, visando à obtenção de determinada propriedade ou a melhoria de outras. Diante do exposto, fica a interrogação, se essas modificações não provocariam alterações nas propriedades desejáveis que o material apresentasse previamente. Assim, torna-se interessante analisarem-se os materiais modificados e alguns experimentais, em relação a algumas de suas propriedades físico-químicas para a obtenção de conhecimentos cientificamente comprovados sobre os mesmos e a possível viabilidade de suas indicações para o fim proposto.

2 Revisão de Literatura

2 REVISÃO DE LITERATURA

2.1 O PAPEL DO pH

O interesse da ciência em avaliar o pH dos materiais utilizados em endodontia está presente na literatura há muitos anos. Tronstad et al. (1981), Anthony, Gordon e Del Rio (1982), Gordon e Alexander (1986) e Tagger, Tagger e Kfir (1988), após avaliarem esta propriedade de materiais que continham hidróxido de cálcio na composição, afirmaram que, a despeito de estarem relacionados, o elo entre o pH e os processos biológicos, ainda, não era completamente compreendido. Tronstad et al. (1981) atribuíram à liberação de íons hidroxila, ocorrida pela dissociação do hidróxido de cálcio, as ótimas propriedades biológicas e microbiológicas do mesmo.

Em 1989, Stanley atribuiu ao pH a capacidade de ativar uma enzima diretamente relacionada com os processos de mineralização, a fosfatase alcalina. Em função da alcalinidade proporcionada pelo hidróxido de cálcio, o meio torna-se propício para a atuação dessa enzima, induzindo à liberação de fosfato inorgânico a partir de ésteres fosfóricos. Esses íons fosfato reagiriam com o cálcio proveniente dos tecidos, depositando-se na forma de hidroxiapatita sobre uma matriz orgânica, caracterizando o processo de mineralização. Essa ativação ocorre de maneira ideal em condição de pH entre 8,6 e 10,3.

Contudo, o pH não tem relação única e exclusiva com os processos mineralizadores. Safavi e Nichols (1993), demonstraram uma ação neutralizadora de polissacarídeos de membrana de bactérias. Estrela et al. (1994), avaliaram o efeito do pH na atividade enzimática de bactérias anaeróbias, demonstrando a ocorrência de uma inativação enzimática bacteriana irreversível em condições extremas de pH em longos períodos de tempo, e também, uma inativação reversível quando do retorno do pH ideal à ação enzimática.

Entretanto, a relação entre o pH e os processos biológicos não se configura como uma via de mão única. Lengheden (1994), avaliou, em cultura, a adesão e o crescimento de dois tipos celulares: fibroblastos diplóides embrionários de pulmão e fibroblastos do ligamento periodontal, humanos. Expôs as culturas a níveis de pH entre 7,2 e 8,4 e concentrações de cálcio que variaram entre $\leq 100\mu\text{M}$ e 20mM. As células embrionárias foram menos influenciadas pelas alterações de pH e concentração de cálcio do que as do ligamento periodontal. Em pH superior a 7,8 o crescimento e a adesão celular reduziram significativamente, sendo o crescimento mais susceptível às alterações.

Um ano mais tarde, Lengheden e Jansson avaliaram o efeito do pH na migração e síntese de DNA e morfologia de fibroblastos humanos, em cultura de células. Expuseram as células a índices de pH que variaram entre 7,2 e 8,4. Foi detectada redução significativa da migração e síntese de DNA diretamente proporcional ao aumento do pH. Em condições de pH superior à 7,8 as células apresentavam alterações citoplasmáticas, formações bolhosas e vacúolos. Esses achados suportam a afirmação de que níveis muito altos de pH podem prejudicar o processo de reparo por interferirem em funções celulares dos fibroblastos do tecido periodontal.

Mais recentemente, em 2006, Okabe et al. avaliaram a atividade da fosfatase alcalina, a expressão de RNA mensageiro para BMP-2 e a deposição de nódulos calcificados em cultura de fibroblastos humanos cultivados em pH 7,8 e 7,2. A atividade da fosfatase alcalina foi maior nas células expostas ao pH mais alcalino. Quanto à expressão do RNA mensageiro para BMP-2, as células expostas ao pH 7,8 apresentaram maiores índices, fato que indica uma maior síntese de proteína ósteo-morfo-genética. A precipitação de nódulos mineralizados, birrefringentes à luz polarizada, foi estatisticamente superior no grupo exposto ao pH mais alcalino.

Shie et al. (2009) avaliaram o efeito de duas soluções diferentes com pH 6,4 e 4,0 e o uso de um acelerador de presa (15% da solução de fosfato dissódico - Na_2HPO_4) nas propriedades do ProRoot MTA branco. Esse estudo que o pH 4,0 causou efeitos deletérios na morfologia do MTA branco misturado com água, entretanto, não quando ao fosfato dissódico. Quando imerso em

solução de pH 4,0 por 7 dias, o MTA branco misturado com água ou fosfato dissódico apresentaram resistência de 7,9 e 9,0 MPa, respectivamente. Em pH 6,4, os valores de 11,2 e 12,0 MPa, respectivamente. Os autores concluíram que, misturado ao acelerador de presa (fosfato dissódico), o MTA branco não sofreu efeitos deletérios na sua microestrutura, solubilidade, ou força em ambiente ácido.

2.2 O PAPEL DO CÁLCIO

O papel do cálcio ainda não está completamente esclarecido. Heithersay (1975), afirmou que os íons cálcio provenientes do hidróxido de cálcio atuam diretamente na síntese de proteínas como o colágeno, componente da matriz orgânica dos tecidos mineralizados, por meio da ativação da enzima pirofosfatase. Seguindo o mesmo raciocínio, Guo e Messer (1976), e Torneck et al. (1983), corroboraram com tal afirmação ao declararem que o cálcio atuaria sobre a Ca^{2+} ATPase, enzima presente na membrana das células eucariontes, responsável pela bomba de Ca^{2+} , exercendo importante papel na produção e ativação da ATP, molécula que desempenha papel importante no processo de mineralização. Sciaky e Pisanti (1960) e Pisanti e Sciaky (1964), apontaram o cálcio proveniente do tecido pulpar como sendo um dos constituintes da barreira de dentina terciária produzida em pulpotomias. Entretanto, Holland et al. (1982), apontaram o cálcio proveniente do hidróxido de cálcio como elemento que, depois de dissociado, entraria na constituição da barreira de dentina reparadora.

Em 1991, Seux et al. utilizando cultura de células de polpa dental humana, avaliaram a resposta das mesmas ao contato com o cimento à base de hidróxido de cálcio Dycal. Verificaram a produção de cristais de carbonato de cálcio (calcita), e, em função deste precipitado, uma alteração na distribuição das fibras, principalmente de fibronectina, demonstrando alta afinidade ao carbonato de cálcio (calcita), e reorganizando-se em camadas ao redor desses cristais. Também foi relatada a produção, por parte das células,

de colágeno tipo I e mais fibronectina por volta da quarta semana. Os autores afirmaram que os achados suportam a teoria de que os cristais de calcita produzidos, em função da reação entre o cálcio, liberado pela dissociação do cimento de hidróxido de cálcio, e os carbonatos presentes no meio de cultura, induzem o rearranjo e a produção de novas fibras de fibronectina e colágeno do tipo I, fato que representa o passo inicial para o processo de formação de uma barreira mineralizada.

2.3 RELAÇÃO DO pH E ÍONS CÁLCIO COM A AÇÃO DO MTA

Segundo Torabinejad et al. (1995), os principais componentes presentes no MTA são silicato tricálcico, aluminato tricálcico, óxido tricálcico, óxido de sílica, além de alguns outros óxidos, e o óxido de bismuto acrescido como agente radiopacificador. Esses elementos reunidos constituem-se em um pó de finas partículas hidrossolúveis, que ao serem misturados à água destilada, produzem um material composto basicamente por óxido de cálcio e fosfato de cálcio; constituindo, durante a hidratação, cristais discretos que, após determinado tempo transformam-se em uma estrutura única, amorfa, sem cristais aparentes, porém, com aparência granular. Os autores ainda afirmaram que a biocompatibilidade apresentada pelo material deve-se ao fato de o mesmo ser composto, principalmente, pelos mesmos elementos que constituem a estrutura dental.

Holland et al. (2001), avaliaram a resposta do tecido subcutâneo de ratos frente à implantação de tubos de dentina preenchidos com MTA, cimento Portland e hidróxido de cálcio. Os três materiais induziram respostas semelhantes, com deposição de granulações von Kossa positivas, birrefringentes à luz polarizada, próximo às aberturas dos tubos. Junto a essas granulações foi observado um tecido irregular na forma de uma ponte. Segundo os autores esses achados sugerem que os mecanismos de ação dos três materiais são semelhantes. Os autores levantaram a hipótese de que o óxido de cálcio que compõe o MTA reagiria com os fluidos teciduais produzindo

hidróxido de cálcio, que, por sua vez, dissociar-se-ia em íons hidroxila e cálcio. Os íons hidroxila seriam responsáveis pela alcalinização do meio e, conseqüentemente, pela ativação da fosfatase alcalina. Já, os íons cálcio reagiriam com os íons carbonato, presentes no tecido periapical, gerando a precipitação de granulações de calcita, que serviriam como ponto inicial para o processo de deposição de tecido mineralizado.

Esse mecanismo proposto encontra subsídios em trabalhos como os de Holland et al. (2001), Pelliccione et al. (2004) e Noetzel et al. (2006), que encontraram tecido cementóide e/ou osteóide depositado, em contato direto com o material. Ainda, Bonson, Jeansonne e Lallier (2004), detectaram, em cultura de fibroblastos de ligamento periodontal humano, a expressão em grande escala do RNA mensageiro da fosfatase alcalina quando em contato com o MTA.

2.4 DA DETERMINAÇÃO DO pH E A LIBERAÇÃO DE ÍONS CÁLCIO

Em 1982, Anthony, Gordon e Del Rio avaliaram o pH de pastas de hidróxido de cálcio manipuladas com diferentes soluções: soro fisiológico, paramonoclorofenol canforado ou cresatina. Foram realizadas avaliações utilizando três métodos diferentes, sempre determinando o pH nos períodos de 6, 24, 48 e 72 horas e 1 e 2 semanas por meio de um pHmetro. No primeiro método, realizaram o preparo químico-mecânico de canais de dentes humanos e após preenchê-los com as pastas, imergiram os espécimes em 20mL de solução salina. No segundo método, manipularam as pastas e imergiram-nas diretamente em 20mL de solução salina. Finalmente, no terceiro método, avaliaram o pH dos diferentes veículos e do pó do hidróxido de cálcio, separadamente, até a saturação de 20mL de solução salina. Os autores obtiveram os maiores índices de pH quando da utilização da solução salina e do paramonoclorofenol canforado como veículos, tendo a cresatina demonstrado um potencial acidificador. Com relação aos métodos, valores significativamente maiores foram obtidos quando da imersão direta das

substâncias, porém, os autores afirmaram que as condições para obtenção desses índices não reproduzem a situação quando do uso em clínica.

Gordon e Alexander (1986), avaliaram, por meio de um pHmetro, o potencial de alcalinização de cimentos obturadores endodônticos. Após o preparo dos canais, quarenta dentes humanos foram divididos em quatro grupos e os canais foram obturados pela técnica da condensação lateral, variando-se o cimento. Foram avaliados o Sealapex®, CRCS®, cimento de Grossman e em um grupo, os dentes não tiveram seus canais obturados. Na seqüência, os dentes foram imersos em 10mL de solução salina e tiveram o pH avaliado nos períodos de 1 e 4 horas, 1, 2 e 3 dias e 1 semana. O Sealapex apresentou pH superior aos demais cimentos em todos os períodos avaliados, apresentando seu pico na avaliação de 4 horas. Quanto ao CRCS®, apesar de, no geral, apresentar índices de pH inferiores ao Sealapex®, foi estatisticamente superior aos demais grupos (Grossman e sem cimento) nas avaliações de 1 e 4 horas, não existindo outras diferenças significativas entre os demais grupos em todos os outros períodos, exceto no de 3 dias, onde o grupo de dentes não obturados foi estatisticamente inferior aos demais.

Em 1988, Tagger, Tagger e Kfir avaliaram a liberação de íons cálcio e hidroxila dos cimentos Sealapex®, o CRCS® e o Hermetic®. Corpos de prova cilíndricos medindo 7 mm de diâmetro e 3mm de altura foram confeccionados, e, após a presa, imersos em 15mL de água bi-destilada. Foram feitas avaliações a cada 15 minutos até que se completassem 2 horas, a cada período os espécimes eram depositados em novos recipientes com o mesmo volume de água. Foram utilizados um analisador de cálcio automático e um pHmetro (PBS 737) para determinação dos valores de cálcio e pH, respectivamente. Quanto à liberação de cálcio, o Sealapex® apresentou uma liberação longa e gradual, atingindo 1,9mg/dl aos 15 minutos, entretanto, aos 75 minutos o material começou a demonstrar sinais de desintegração, não possibilitando a aferição aos 120 minutos. O CRCS não apresentou liberação de cálcio, já o Hermetic®, aos 15 minutos, liberou 2,56mg/dL não se detectando mais liberação de cálcio, já na avaliação de 30 minutos. Quanto ao pH, os cimentos demonstraram potencial alcalinizador, tendo o Sealapex® apresentado uma alcalinização crescente e gradual atingindo 10,70 aos 120

minutos, já os demais cimentos apresentaram sinais de estabilização, logo aos 30 minutos com valores de 7,62 para o CRCS® e 6,79 para o Hermetic®.

Em 1993, Tamburic, Vuleta e Ognjanovic avaliaram o pH e a liberação de cálcio de algumas pastas e cimentos à base de hidróxido de cálcio por meio de um potenciômetro. Foram avaliadas as pastas Calcipulpe, Calxyl red, Calxyl blue e Cinacal e os cimentos Dycal, Nucap e Reolit. Foram feitas avaliações quanto aos dois critérios nos períodos de 30 minutos, 2, 4, 6, 8, 24 e 48 horas, renovando sempre 30 mL do meio onde os espécimes permaneceram imersos. Obtiveram resultados estatisticamente superiores para as pastas, porém, encontraram uma variação muito grande entre espécimes de um mesmo grupo.

Fidel (1993), avaliou algumas propriedades físico-químicas, dentre elas o pH, dos cimentos obturadores de canais radiculares Sealapex®, Sealer 26®, Apexit®, CRCS®, Fill-Canal® e um cimento experimental, denominado PR-sealer, à base de óxido de zinco e eugenol com hidróxido de cálcio. O cimento CRCS® foi o que apresentou maiores médias de pH (11,2), seguido pelo Apexit® (10,8). O cimento Sealapex® apresentou, ao final do período, pH 9,2, porém, mostrou uma tendência de queda a partir da avaliação de 120 horas.

Em 1995, Torabinejad et al. avaliaram, dentre outras propriedades físico-químicas, o pH do ProRoot MTA, por meio de um pHmetro, durante seu período de endurecimento. Os autores verificaram que o pH do material, logo após a manipulação, era de 10,2, apresentando elevação até 12,5, três horas após a manipulação; com tendência de manutenção por períodos mais longos.

Staehle et al. (1995) avaliaram a capacidade de alcalinização de algumas pastas e cimentos obturadores que contêm hidróxido ou óxido de cálcio. Foram avaliadas as pastas Pulpdent e Gangraena, e os cimentos Sealapex e Apexit. Para a determinação, foram preparados setenta dentes humanos unirradiculados que, sete dias depois de terem os canais obturados, foram clivados. Utilizaram o corante vermelho cresol para identificar áreas com pH alcalino, entre 7,0 e 8,6. A maior ocorrência de áreas alcalinas aconteceu nos espécimes obturados com a pasta Pulpdent®, e os piores com o cimento Apexit®. Os autores concluíram que a liberação de íons hidroxila não é unicamente influenciada pela quantidade de hidróxido de cálcio presente no

material, podendo ter sua liberação inibida ou reduzida por conta da atuação de outros constituintes do material.

Duarte (1996) avaliou, dentre outras propriedades, o pH de cimentos obturadores de canais. Foi determinado o pH dos cimentos Endomethasone, AH 26, Sealapex, Sealer 26, Sealer 26 acrescido de 5% e 10% de hexametilenotetramina, além de uma pasta de hidróxido de cálcio. Tubos com 2mm de diâmetro e 10mm de comprimento foram preenchidos com os materiais e imediatamente imersos em água deionizada. Leituras do pH foram realizadas por meio de um pHmetro digital nos períodos de 24, 48 horas e 7 dias, colocando-se os corpos de prova em um novo recipiente com o mesmo volume de água, após cada período. Os resultados demonstraram que a pasta apresentou os maiores índices, diferenciando-se estatisticamente dos cimentos. Os cimentos que contêm hidróxido ou óxido de cálcio apresentaram valores estatisticamente superiores aos que não possuem essas substâncias.

Ainda, em 1996, Estrela e Pesce avaliaram a liberação de íons cálcio e hidroxila de pastas de hidróxido de cálcio preparadas com diferentes veículos e implantadas em tecido subcutâneo de cães. Foram testados, como veículos; o soro fisiológico, a solução anestésica e o polietilenoglicol. Os autores realizaram a determinação da liberação de íons cálcio por meio da condutometria por titulação do EDTA e dos íons hidroxila, por analogia, em função do peso molecular. A pasta preparada com a solução anestésica foi quem determinou maior liberação dos íons avaliados, sendo seguida pela pasta com soro fisiológico. A pasta preparada com o polietilenoglicol, apresentou uma liberação mais lenta e gradual.

Silva et al. (1997) avaliaram cimentos obturadores de canais quanto ao pH e a liberação de íons cálcio, além da condutividade. Corpos de prova medindo 6 mm de diâmetro e 15 mm de altura dos cimentos Sealapex®, CRCS®, Sealer 26®, e Apexit® foram confeccionados e após 48 horas da manipulação, imersos em 50mL de água deionizada. Os valores de pH foram determinados, por meio de um pHmetro, nos períodos de 0, 1, 2, 4 e 6 horas, 1, 5, 15 e 30 dias. A avaliação da liberação dos íons cálcio foi determinada por meio de um espectrofotômetro de absorção atômica nos mesmos períodos utilizados para o pH, excetuando-se os referentes às 0, 2, e 4 horas. Quanto ao

pH, o Sealapex® foi o material que apresentou, em todos os períodos avaliados, os maiores valores, aproximando-se de 11,5 sendo seguido pelo Apexit®. Já o Sealer 26® apresentou resultados inferiores, oferecendo valores próximos a 9,5 ao final do último período experimental. Quanto à liberação de cálcio, a distribuição dos cimentos, partindo dos maiores valores para os menores, foi semelhante à encontrada para o pH, tendo o Sealapex® apresentado os maiores valores, entretanto, notou-se um incremento considerável na liberação de cálcio após o período de 15 dias.

Ainda, em 1997, Beltes et al. avaliaram o pH de diversas pastas de hidróxido de cálcio. Testaram as pastas Calasept®, Calcicur®, Calxyl Blue®, Calxyl Red®, Reogan® rápida e Tempcanal®. Corpos de prova de 0,5mL foram imersos em tubos de ensaio contendo 20mL de água deionizada e, por meio de um pHmetro, determinaram os valores do pH por diversos períodos, até o quinto dia. Os autores observaram que os materiais exibiram uma capacidade de alcalinização acentuada nas primeiras duas horas, tendendo a uma menor alcalinização nos demais períodos. Outro achado bastante interessante foi a correlação positiva existente entre o pH final e a proporção de hidróxido de cálcio na pasta.

Huang e Kao (1998) realizaram um estudo onde avaliaram o pH de três diferentes cimentos obturadores de canais. Testaram dois cimentos à base de óxido de zinco e eugenol (Canals®, e Pulp Canal Sealer®) e um cimento resinoso (AH 26®). Por meio de um micro pHmetro avaliaram o pH de discos dos cimentos imersos em 0,5mL de solução com pH neutro, em diversos períodos. Os cimentos à base de óxido de zinco e eugenol apresentaram pH sempre mais alcalino do que o resinoso, alcançando os maiores valores no período de duas semanas chegando a 8,03, porém, com tendência de declínio; alcançando 7,43 no período de sete semanas. Já o cimento resinoso apresentou seu pH mais elevado na terceira semana (6,53), finalizando o período experimental (sete semanas) com pH 6,38.

Brandão (1999) avaliou, dentre outras propriedades, o pH e a liberação de íons cálcio de alguns cimentos obturadores de canais. Foram avaliados os cimentos de Óxido de Zinco e Eugenol, o Sealer 26®, e dois cimentos resinosos experimentais, o Sealer Plus e o MBP; os três últimos contendo

hidróxido de cálcio em suas composições. Foram confeccionados corpos de prova por meio do preenchimento de tubos de 1mm de diâmetro interno e 10mm de comprimento, que logo depois de preenchidos, foram imersos em tubos de ensaio contendo 6mL de água de MilliQ. Tanto o pH quanto a liberação de íons cálcio foram determinados nos períodos de 1, 3, 7, 15 e 30 dias, sempre retirando o espécime do tubo utilizado no último período e imergindo-o em um novo. A determinação do pH foi realizada com um pHmetro e para a liberação de íons cálcio utilizou-se um espectrofotômetro de absorção atômica. Os maiores valores de pH foram alcançados pelos cimentos que contêm hidróxido de cálcio em sua composição, tendo o Sealer 26® obtido as maiores médias (9,68), entretanto, o cimento experimental MBP obteve média estatisticamente semelhante no período de trinta dias (9,33).

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

Em 2002, Deal et al. avaliaram, juntamente com outras propriedades, o pH de materiais utilizados como retrobturadores. Determinaram, por meio de micro-eletrodos introduzidos no interior dos materiais, o pH do ProRoot MTA®, de um material experimental de presa mais curta, o Fast-set MTA e de um

cimento Portland. Logo após a manipulação, o pH do ProRoot® MTA atingiu o valor de 11,72, do Fast-set MTA 11,69 e do cimento Portland 11,74. Decorridos trinta minutos da manipulação, o pH, tanto do ProRoot® MTA quanto do cimento Portland, foi de 12,3; já, a determinação do pH do Fast-set MTA não foi possível de ser executada, segundo os autores, por conta de o material já ter tomado presa.

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

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

Ferreira et al. (2004) avaliaram o valor do pH e a capacidade de liberação de íons cálcio de materiais à base de hidróxido de cálcio utilizados como medicação intra-canal. Foram avaliadas as pastas Calen® com

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

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

24 horas. Nos demais períodos ambos os materiais demonstraram índices de liberação semelhantes e proporcionais ao tempo que permaneceram imersos.

Lohbauer et al. (2005) realizaram um estudo onde avaliaram cones confeccionados de guta-percha e hidróxido de cálcio, em diferentes proporções. Analisaram o pH nos períodos de 3 minutos, 1, 6, 12, 24, 48 e 72 horas, por meio de um pHmetro com eletrodo imerso em 2,3mL de uma solução salina com 30 cones #50 imersos. Também foi avaliada a capacidade de liberação de íons cálcio por meio de um método colorimétrico. Foram realizados dois experimentos, o primeiro nos períodos de 30 minutos, 1, 2, 6, 12, 24 e 48 horas, sem transferência dos corpos de prova para novas soluções, e outro nos períodos de 1, 7, 15, 30 e 44 dias com transferência dos cones para novas soluções a cada avaliação. Essa determinação foi realizada imergindo-se 10 cones de cada material em 0,5mL de solução salina. Os valores, tanto de pH quanto de liberação de íons cálcio, foram maiores para as pontas de guta-percha com maior proporção de hidróxido de cálcio, sendo esta diferença ainda mais marcante nos períodos mais longos de avaliação. Além destas avaliações, os autores avaliaram as alterações ocorridas na superfície dos cones, comparando-os à luz de um microscópio eletrônico de varredura. Nesta avaliação, os autores observaram o surgimento de rugosidades e erosões nas superfícies dos cones.

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

Um ano mais tarde, em 2006(a), ISLAM; CHNG; YAP avaliaram, além de outras propriedades, o pH do ProRoot® MTA cinza, ProRoot® MTA branco,

cimento Portland cinza e cimento Portland branco. Utilizando a mesma metodologia do trabalho, anteriormente citado, os autores encontraram valores de pH superiores para os cimentos Portland quando comparados aos ProRoot MTA®, inclusive alcançando índices mais elevados em menor tempo. As médias dos cimentos Portland alcançaram níveis próximos a 13,2, sendo seguidos pelo ProRoot® MTA branco. Novamente, as menores médias foram proporcionadas pelo ProRoot® MTA cinza.

Bozeman, Lemom e Eleazer (2006), analisaram o ProRoot® MTA cinza, o ProRoot® MTA branco e um novo material desenvolvido a partir do cimento Portland, porém, utilizando uma base resinosa denominado Dentalcrete. Os autores avaliaram, por meio da espectroscopia foto-elétrica, a liberação de cálcio dos materiais. Corpos de prova cilíndricos foram imersos em 35mL de água destilada, e mantidos pelos períodos de 24, 72 horas, 5, 7, 10 e 14 dias, sempre renovando o líquido após cada avaliação. O cimento ProRoot® MTA cinza foi o material que liberou maior quantidade de cálcio, tendo liberado 39,3 mg, seguido pelo ProRoot® MTA branco com 34mg. O cimento experimental Dentalcrete apresentou mínima liberação de cálcio, totalizando, ao final dos 14 dias, apenas 1mg de cálcio liberado.

Bortoluzzi et al. (2006) avaliaram a influência da adição de 10% de cloreto de cálcio, indicado com o acelerador de presa, no pH e liberação de íons cálcio no ProRoot® MTA, MTA branco e cimento Portland branco. Os materiais foram manipulados e colocados em tubos de polietileno e a seguir, imersos em 10 mL de água deionizada. Os tempos de avaliação foram de 30 minutos, 60 minutos e 24 horas. Um pHmetro e um espectrofotômetro de absorção atômica foram utilizados para avaliação das propriedades. A comparação entre os produtos sem e com a adição do cloreto de cálcio indicou que a presença dessa substância aumentou ligeiramente o pH, contudo, os resultados foram muito similares. Em adição, produtos com o cloreto de cálcio liberam mais cálcio em relação ao material puro no período de 24 horas. Os resultados mostraram que a adição do cloreto de cálcio ao MTA realça as propriedades físico-químicas do produto.

2.5 DA ANÁLISE DA SOLUBILIDADE E DO TEMPO DE PRESA

Em 1976, Grossman avaliou, dentre outras características, o tempo de presa de diversos cimentos obturadores de canais. Foram testados o AH26®, Diaket®, Kerr Pulp Canal Sealer®, Tubli-Seal®, Mynol®, N2®, N2® sem a adição de chumbo, Proco-sol®, Roth 801®, Roth 811®, RC 2B® e o cimento de óxido de zinco e eugenol. Quanto ao tempo de presa, os cimentos AH26® e Proco-sol® foram os que apresentaram tempo de presa maior, respectivamente, 32 e 40 horas. Já, entre os mais rápidos, o Kerr Pulp Canal Sealer® e o Tubli-seal® apresentaram tempo de presa inferior a 60 minutos.

Em 1978, Grossman determinou a solubilidade dos mesmos cimentos avaliados no trabalho realizado anteriormente citado. Foram confeccionados corpos de prova cilíndricos medindo 6mm de diâmetro e 10mm de altura, que, após o tempo de endurecimento, foram pesados e imersos em uma solução composta por 98% de água destilada e 2% de meio de cultura, segundo o autor, para aproximar a consistência do fluido à dos fluidos teciduais. Após uma semana de imersão realizou-se a desumidificação dos espécimes por 24 horas, e, em seguida, procedeu-se a uma nova pesagem. Foi considerada como solubilidade a diferença de massa perdida pelos corpos de prova durante a imersão. Os menores resultados foram obtidos pelos cimentos AH26® e Diaket®, os únicos cimentos resinosos avaliados, todos os demais cimentos apresentaram índices consideravelmente mais altos.

Moraes (1984) avaliou dentre diversas características, o tempo de presa de alguns cimentos obturadores de canais. Foram testados, além dos cimentos AH 26® e Óxido de zinco e eugenol, um cimento AH 26® modificado pela adição de 20% de hidróxido de cálcio e quatro formulações de um novo cimento resinoso. Os resultados apontaram o cimento de Óxido de zinco e eugenol com o menor tempo de presa, apresentando sua presa em 2 horas. Já os cimentos resinosos apresentaram tempos de presa bem mais longos, sendo de 17 horas para o AH 26® e de 20 horas para o AH26® modificado, já as formulações experimentais apresentaram presa entre 18 e 24 horas, considerando que o teste para todos os materiais, foi realizado em ambiente com 100% de umidade.

Fidel et al. (1994) realizaram uma avaliação da solubilidade e desintegração de alguns cimentos obturadores de canais que possuem hidróxido ou óxido de cálcio em suas composições. Avaliaram o Sealapex®, CRCS®, Apexit® e o Sealer 26®. O ensaio foi desenvolvido conforme a especificação número 57 da ADA, confeccionando-se corpos de prova cilíndricos com 20mm de diâmetro e 1,5mm de altura. Os mesmos permaneceram em estufa a 37°C por um tempo três vezes maior ao de endurecimento. Decorrido este período, os espécimes foram, então, pesados e imersos em 50mL de água destilada, onde permaneceram por uma semana a uma temperatura de 37°C. Após o período de imersão, os espécimes foram levados a um desumidificador por 24 horas, sendo depois novamente pesados. Foi considerada como solubilidade a diferença entre os pesos das duas aferições. Os autores obtiveram os piores resultados com Sealapex®, apresentando valores extremamente altos, já os cimentos Sealer 26® e o Apexit® apresentaram os menores valores, seguidos pelo CRCS®.

Um ano mais tarde, Fidel et al. avaliaram os mesmos cimentos testados no estudo anteriormente citado, porém, desta feita, quanto ao tempo de presa. Novamente foi utilizada a norma número 57 da ADA. Para este ensaio foram confeccionados corpos de prova cilíndricos medindo 10mm de diâmetro e 2mm de altura. Os cimentos foram manipulados e inseridos em anéis metálicos mantidos sobre lâminas de vidro. Decorridos 120 segundos do início da espatulação, submeteram os espécimes a uma força vertical aplicada unicamente por uma agulha do tipo Gilmore de 100 gramas de peso e ponta ativa medindo 2mm. Considerou-se como tempo de presa, o tempo decorrido entre o início da espatulação e o momento em que a agulha não mais conseguiu registrar uma endentação na superfície do corpo de prova. O cimento CRCS® foi o que apresentou menor tempo de presa, registrando 23 minutos, sendo seguido pelo Apexit® com 90 minutos, Sealer 26® com 41 horas e 22 minutos e pelo Sealapex® com 45 horas e 34 minutos.

Em 1995, Torabinejad et al. avaliaram, dentre várias propriedades físico-químicas, a solubilidade e o tempo de presa de alguns materiais utilizados como retrobturadores. Foram testados o amálgama de prata, o IRM®, o Super EBA®, e o ProRoot® MTA. Segundo os autores, as

determinações foram realizadas com base na norma número 30 da ADA. Para a determinação do tempo de presa, os materiais foram manipulados conforme as recomendações dos fabricantes e inseridos em matrizes metálicas de 15mm de diâmetro e 5mm de altura depositadas sobre uma placa de vidro. Decorridos 180 segundos do início da manipulação, uma força vertical produzida pelo peso de uma agulha do tipo Gilmore foi exercida, sendo notada a formação de uma depressão na superfície do corpo de prova, decorrente da ponta ativa da agulha. Foi considerado como tempo de presa o tempo decorrido entre o início da manipulação e o momento em que a agulha não foi capaz de produzir uma endentação no espécime. Já, para a avaliação da solubilidade, foram confeccionados corpos de prova de 20mm de diâmetro e 1,5mm de altura. Após 21 horas, os espécimes foram totalmente imersos em 50mL de água destilada, sem que tocassem em nenhuma das paredes do recipiente. Permaneceram imersos pelo período de 21 dias, com três avaliações executadas neste período, os espécimes foram desumidificados e pesados aos 1, 7 e 21 dias. Quanto ao tempo de presa, com exceção do MTA, todos os materiais endureceram rapidamente, sendo 4 minutos para o amálgama de prata, 6 minutos para o IRM®, e 9 minutos para o Super EBA®. Já o MTA atingiu sua presa apenas 2 horas e 45 minutos após o início de sua manipulação. Quanto à solubilidade, nenhum dos materiais apresentou índices superiores a 1%, tendo o IRM® apresentado os maiores valores, o MTA apresentou 0,41% de solubilidade.

Deal et al. (2002) avaliaram, além do pH, o tempo de presa e a composição de três cimentos propostos como materiais retrobturadores. Estudaram o ProRoot MTA®, um cimento Portland e um material experimental denominado Fast-set MTA. O tempo de presa registrado para o ProRoot® MTA foi de 156 minutos (2 horas e 36 minutos), para o cimento Portland foi de 159 minutos (2 horas e 39 minutos), e para o Fast-set MTA foi de 17 minutos. Os autores afirmaram que esse cimento experimental apresenta as mesmas características físico-químicas apresentadas pelo ProRoot MTA®, com a vantagem de tomar presa em menor tempo.

Em 2003, Carvalho-Jr et al. avaliaram o cimento Ketac-Endo® quanto à solubilidade e desintegração, comparando-o com os cimentos Endofill®, N-

Ricket®, e Sealer 26®. A avaliação foi conduzida conforme a especificação número 57 da ADA. Os menores valores de solubilidade foram encontrados para o cimento resinoso Sealer 26®, apresentando, nas condições deste estudo, solubilidade de 0,25%. Os cimentos à base de óxido de zinco e eugenol apresentaram resultados intermediários, apresentando o N-Ricket® 3,0% e o Endofill® 3,9%. Os piores resultados foram oferecidos pelo cimento ionomérico, com 9,9% de solubilidade.

Ainda, em 2003, McMichen et al. avaliaram, dentre outras propriedades físicoquímicas, a solubilidade e o tempo de presa dos seguintes cimentos obturadores: Roth 801®, Tubliseal EWT®, AH Plus®, Apexit® e Endion®. Para ambos os experimentos confeccionaram corpos de prova cilíndricos medindo 5mm de diâmetro e 3mm de altura. O ensaio de solubilidade foi realizado após um período de 48 horas da manipulação. Decorrido este período, os espécimes foram pesados e imersos em 100mL de água destilada por um período de 12 semanas. A determinação do tempo de presa foi realizada seguindo a norma da ADA número 57, com exceção das dimensões dos corpos de prova. Os corpos de prova do cimento Roth 801® foram excluídos dos experimentos devido ao fato de não terem tomado presa em até sete dias. Os valores de solubilidade e tempo de presa encontrados foram, respectivamente, de 1,79% e 70 minutos para o Tubli-seal EWT®, de 0,32% e 500 minutos para o AH Plus®, de 16,43% e 95 minutos para o Apexit® e de 8,13% e 80 minutos para o Endion®.

Fridland e Rosado (2003) avaliaram a solubilidade do ProRoot® MTA utilizando diferentes proporções pó/líquido. Foram testadas as proporções 0,33, 0,30, 0,28 e 0,26. O ensaio foi desenvolvido conforme a especificação número 30 da ADA. Os valores da solubilidade aumentaram em função do aumento da proporção, tendo a proporção recomendada pelo fabricante (0,33) atingido 2,83% de solubilidade, o maior valor. Já em 2005, os mesmos autores avaliaram a solubilidade, a longo prazo, pelo período de 78 dias, do ProRoot® MTA utilizado nas proporções 0,33 e 0,28. Obtiveram resultados que proporcionaram a possibilidade de, matematicamente, calcular a progressão da solubilização do material indefinidamente, determinando um índice de 22,06% para a proporção com menos líquido e de 31,10% para a com mais líquido.

Tay et al. (2005) avaliaram a degradação apresentada por cones de guta-percha e cones resinosos (Resilon®) frente a soluções alcalinas. Os autores utilizaram, para tal, a microscopia eletrônica de varredura, sendo os espécimes submetidos a diferentes períodos de imersão. Com esta ferramenta, foi possível determinar o perfil da solubilidade desses diferentes materiais, ficando clara a sensibilidade do Resilon® frente a substâncias alcalinas.

Em 2005, Lohbauer et al. utilizaram a microscopia eletrônica de varredura para comparar a superfície de cones de guta-percha com diferentes proporções de hidróxido de cálcio antes e após o período de 44 dias de imersão, quando foram avaliados o pH e a liberação de íons cálcio. Foi possível determinar a diferença das superfícies após o período de imersão e entre as diferentes proporções de hidróxido de cálcio. Concluíram que o cone que apresentava maior concentração de hidróxido de cálcio exibiu uma rugosidade, marcadamente maior após o período de imersão, devido à solubilização de maior quantidade de hidróxido de cálcio, segundo os autores.

Chng et al. (2005) avaliaram, dentre outras características, a solubilidade e o tempo de presa dos ProRoot® MTA branco e cinza e de um material experimental com melhores características de manipulação. Os três materiais apresentaram índices de solubilidade estatisticamente diferentes, tendo o ProRoot® MTA branco apresentado 0,97%, o ProRoot® MTA cinza 1,28% e o cimento experimental 2,18%. Também foram realizadas determinações das presas inicial e final dos cimentos. Os menores valores foram oferecidos pelo material experimental (40min.) seguido pelo ProRoot® MTA branco (45min.) e pelo ProRoot® MTA cinza (70min.), quanto à presa inicial. Já, quanto à presa final, tanto o material experimental quanto o ProRoot® MTA branco obtiveram 140 minutos, tendo o ProRoot® MTA cinza obtido 170 minutos.

Um ano mais tarde, Islam, Chng e Yap avaliaram, dentre outras propriedades, a solubilidade e os tempos de presa inicial e final dos cimentos ProRoot® MTA cinza e branco e de dois cimentos Portland, um cinza e um branco. Utilizando metodologia semelhante à utilizada no trabalho, anteriormente citado. Obtiveram valores de solubilidade de 0,97% para o ProRoot® MTA cinza, 1,05% para o cimento Portland branco, 1,06% para o

cimento Portland cinza e de 1,28% para o ProRoot® MTA branco. Quanto ao tempo de presa, os materiais de mesma cor obtiveram tempos estatisticamente semelhantes, sendo de 40 minutos para os cimentos brancos e 70 minutos para os cimentos cinzas quanto à presa inicial. Quanto à presa final, os tempos foram, respectivamente, 140 minutos e 170 minutos.

Danesh et al. (2006) avaliaram a solubilidade do ProRoot® MTA cinza e de dois cimentos Portland. A avaliação foi realizada em diferentes períodos de imersão dos corpos de prova em água destilada, sendo utilizados os períodos de 1 e 10 minutos, 1, 24 e 72 horas e 28 dias. Os resultados demonstraram, aos 28 dias, uma quase insolubilidade do ProRoot MTA, tendo sofrido, neste período apenas 0,78% de solubilidade, sendo estatisticamente diferente dos outros materiais que sofreram índices superiores à 30%. O ProRoot® MTA apresentou solubilidade maior, apenas no primeiro período.

Camilleri (2007) investigou as propriedades físicas do cimento Portland acrescido de um novo acelerador. Foram avaliados tempo de presa, força de compressão, pH e solubilidade de dois cimentos Portland branco (Lafarge Asland; CEM 1, 52.5 N) e o cimento Portland (proto A), do qual se removeu o gesso durante o processo de fabricação (Alborgue) e uma versão modificada com a adição de óxido de bismuto na composição. O tempo de presa do proto A foi de 8 minutos. A força de compressão foi semelhante à do cimento Portland em todos os períodos testados ($P > 0.05$). A adição do óxido de bismuto aumentou o tempo de presa e reduziu a força de compressão ($P < 0.05$). Ambos os cimentos apresentaram pH alcalino. Todos os cimentos aumentaram o peso ($> 12\%$) após a imersão em água. Concluíram que o tempo de presa pode ser diminuído excluindo o gesso durante a fabricação, sem afetar outras propriedades. A adição do óxido de bismuto afetou as propriedades do novo cimento ($P < 0.05$).

Ber et al. (2007) propuseram modificações químicas no ProRoot® MTA com a finalidade de melhorar suas características e diminuir o tempo de presa. Relataram que o MTA apresenta diversas propriedades ideais para ser utilizado com material retrobturador. Entretanto, seu longo tempo de presa e dificuldade de manipulação, está diretamente ligado ao seu desajuste inicial. Aditivos foram adicionados ao cimento Portland e, posteriormente, ao MTA cinza para

aumentar a plasticidade e diminuir o tempo de presa. Uma mistura de metilcelulose a 1% e cloreto de cálcio a 2% foi adicionada ao MTA, resultando em um cimento modificado com características de força de compressão similares ao cimento de óxido de zinco e eugenol e tempo de presa mais rápido (57 ± 3 minutos).

Santos et al. (2008) avaliaram o tempo de presa e o coeficiente de expansão térmica de 2 cimentos endodônticos, o MTA-Angelus® e um novo cimento chamado CER. O tempo de presa foi determinado de acordo com as especificações nº 57 da ANSI/ADA. Três amostras com 10 mm de diâmetro e 2 mm de espessura foram preparadas para cada cimento. Para o teste de coeficiente de expansão térmica, quatro amostras de cada cimento foram preparadas usando anéis de silicone com diâmetro de 5 mm e 2 mm de espessura. Os dados foram analisados pelo teste t-student. O tempo de presa obtido para o MTA Angelus e cimento CER foi de 15 minutos e 7 minutos, respectivamente. O coeficiente de expansão térmica linear foi de 8.86 $\mu\text{strain}/^{\circ}\text{C}$ para o MTA Angelus e 11.76 $\mu\text{strain}/^{\circ}\text{C}$ para o CER. A análise estatística mostrou diferença significativa ($P < 0,05$) tanto no tempo de presa, como no coeficiente de expansão térmica linear entre os 2 cimentos. O cimento CER apresentou coeficiente de expansão térmica linear similar ao da dentina, o que pode contribuir para a diminuição do grau de infiltração.

Camilleri (2008) avaliou as propriedades físicas e mecânicas de dois cimentos com composição química similar ao agregado de trióxido mineral, na tentativa de melhorar suas propriedades. Foram utilizados uma mistura de cimento Portland com sulfo-aluminato de cálcio (CSA) e fluoro-aluminato de cálcio (CFA) juntamente com outro material para facilitar a manipulação. Foram analisados tempo de presa, força de compressão e solubilidade. As propriedades foram comparadas ao cimento de ionômero de vidro. O tempo de presa do CSA e CFA foram abaixo de 6 minutos. A associação de um material que auxilie na manipulação tendem a retardar o tempo de presa. O CSA foi superior ao CFA na força de compressão e na flexural ($P < 0.001$). A adição do granito aumentou a força flexural de ambos os cimentos a reduziu a absorção de água. Os cimentos CSA e CFA tiveram tempos de presa e valores de força de compressão adequados quando comparados ao cimento de ionômero de

vidro. O cimento CSA foi superior ao CFA e parece ser um material com perspectiva.

Bodanezi et al. (2008) avaliaram a solubilidade do MTA e do cimento Portland, desde a mistura até 672 horas, pela média de dois métodos complementares. Anéis metálicos com os cimentos foram imersos em água destilada e aguardados os períodos experimentais (3, 24, 72, 168, 336 e 672 horas). Anéis vazios serviram como grupo controle (n=8). Por meio da análise estatística realizada pelos testes ANOVA e de Tukey, verificaram que somente o cimento Portland mostrou perda de peso abaixo de 3%, em 24 horas. Os resíduos do MTA eram maiores que os do cimento Portland em 3 e 168 horas. O peso dos anéis com MTA foram maiores do que os que continham o cimento Portland em 672 horas ($P=0.05$). Os resultados do estudo atual indicaram que, em ambiente aquoso, o MTA é mais solúvel do que o cimento Portland e excede a perda de peso máximo considerada aceitável pelo padrão da ISO 6876 (2001).

2.6 RADIOPACIDADE

Moraes (1984) avaliou, dentre outras propriedades físico-químicas, a radiopacidade do AH 26 original e modificado por adição de 20% de hidróxido de cálcio no pó, e de outras misturas advindas de combinações e proporcionamentos alternativos e diversificados entre éteres de diglicidil bisfenol A, endurecedores, radiopacificadores e o hidróxido de cálcio. Quanto à radiopacidade dos materiais testados, numa síntese geral, partindo do mais radiopaco para o menos radiopaco, a ordem foi: AH 26 original, AH 26 modificado (misturas 3 e 4), mistura 2 e guta-percha Maillefer, mistura 1, guta-percha B7 e R7 Caulk e cimento de óxido de zinco e eugenol.

Torabinejad et al. (1995) compararam, dentre outras propriedades físico-químicas, a radiopacidade do MTA com a do Super-EBA, amálgama e IRM. Foi utilizada a metodologia preconizada pela ISO, ou seja, a utilização de

anéis com 10 mm de diâmetro e 1mm de altura. Concluíram que o MTA foi mais radiopaco que o Super-EBA e IRM e menos que o amálgama.

Chng et al. (2005) avaliaram algumas propriedades físicas do VERRM (Viscosity Root Repair Material) comparado ao MTA. O VERRM tem a composição similar ao MTA, com características e consistência similar ao IRM e Super-EBA. Foram avaliados a radiopacidade, tempo de presa, solubilidade, alteração dimensional e selamento apical. Concluíram que o VERRM tem propriedades físicas semelhantes ao MTA, apresentando resultados semelhantes quando utilizado como material retrobturador.

Islam, Chng e Yap (2006) compararam a radiopacidade do ProRoot® MTA cinza, ProRoot MTA branco, cimento Portland branco e cimento Portland cinza. Os resultados mostraram que a radiopacidade do cimento Portland é menor que a do ProRoot MTA.

Danesh et al. (2006) determinaram a solubilidade, a microdureza e a radiopacidade do ProRoot® MTA com 2 cimentos Portland. Para a radiopacidade, 5 espécimes de cada cimento, que foram testados de acordo com a norma da ISO, já descrita, e comparando-se em mm de alumínio (1-9 mm). Diferenças foram encontradas entre os 3 materiais em relação a radiopacidade. O ProRoot® MTA foi significativamente mais radiopaco (5,34 mm de Al) que o cimento Portland I (3,32 mm de Al) e o cimento Portland II (2,52 mm de Al) ($P<0.05$). O cimento Portland I foi significativamente mais radiopaco que o cimento Portland II ($P<0.05$).

Coutinho-Filho et al. (2008) avaliaram a radiopacidade e a reação em tecido subcutâneo de ratos do MTA, cimento Portland, e o cimento Portland com óxido de bismuto em 2 proporções. Verificaram que a radiopacidade dos materiais em ordem decrescente seguiu a seguinte ordem: ProRoot® MTA > Cimento Portland + óxido de bismuto 1:1 > Cimento Portland + óxido de bismuto 2:1 > Cimento Portland.

Tanomaru-Filho et al. (2008) avaliaram a radiopacidade de 5 cimentos retrobturadores (MTA Angelus branco®; MTA Angelus cinza®; IRM®; Super EBA® e o Sealer 26®). Cinco anéis (10 mm de diâmetro e 1 mm de altura) foram preenchidos com cada material e radiografados ao lado de um

penetrômetro de alumínio que varia de 2 a 16 mm de espessura. As radiografias foram digitalizadas e a radiopacidade dos materiais foram comparadas com a do penetrômetro de alumínio usando o programa VIXWIN 2000, em mm de Al. Os valores de radiopacidade variaram de 3 a 5,9 mm de Al. o Sealer 26® e o IRM® apresentaram os maiores valores de radiopacidade ($P<0.05$) quando comparados ao MTA branco e cinza e Super-EBA®, que apresentaram os menores valores de radiopacidade ($P<0,05$).

Bueno et al. (2009) avaliaram a concentração ideal de óxido de bismuto adicionada ao cimento Portland branco para fornecer a radiopacidade adequada para o uso endodôntico. Corpos de prova de 2 mm de espessura foram utilizados com a adição de 5%, 10%, 15%, 20%, 25%, ou 30% de óxido de bismuto, os quais foram radiografados e comparados com as diferentes espessuras do penetrômetro de alumínio usando densidade ótica, observando a escala de cinza de 0 a 255. MTA e cimento Portland branco foram utilizados como grupo controle. O cimento Portland com 5%, 10%, 15%, 20%, 25%, ou 30% de óxido de bismuto apresentou as seguintes médias: 63.3, 95.7, 110.7, 142.7, 151.3, 161.0 e 180.0, respectivamente. O MTA apresentou a média de 157,3. Concluíram que o MTA branco e cimento Portland branco com 15% de óxido de bismuto apresentaram a radiopacidade exigida para um cimento endodôntico.

2.7 MTA Fotopolimerizável

Gomes-Filho et al. (2008) avaliaram a biocompatibilidade frente à implantação de tubos de polietileno em subcutâneo de ratos contendo o cimento experimental fotopolimerizável, comparando-o ao MTA Angelus® cinza. O MTA fotopolimerizável experimental demonstrou resposta inflamatória de maior intensidade, e somente o MTA Angelus cinza apresentou áreas positivas de calcificação.

Costa (2008) avaliou a resposta tecidual e o processo de reparo utilizando fluorocromos em alvéolos dentários de ratos comparando o MTA

fotopolimerizável experimental ao MTA Angelus® cinza. Em relação à resposta tecidual, o MTA fotopolimerizável experimental apresentou resposta semelhante ao MTA Angelus® cinza, caracterizada pela ausência de inflamação severa e pela deposição de tecido mineralizado em contato com o material. Em relação ao processo de reparo, o MTA fotopolimerizável experimental apresentou resultados semelhantes aos observados ao MTA Angelus cinza, caracterizada por uma resposta inflamatória leve ou ausente e pela presença de tecido mineralizado em contato com o material.

2.8 SEALEPOX RP

Esse cimento faz parte de uma linha de pesquisa iniciada em 1982 pelo Prof. Dr. Ivaldo Gomes de Moraes, da disciplina de Endodontia da FOB-USP. Trata-se de um cimento epóxico, contendo em sua composição o hidróxido de cálcio, sendo uma modificação recente do MBPc, do qual foram substituídas algumas substâncias, acrescentando-se outras, porém, mantendo-se as mesmas características, indicações e apresentação (pasta/pasta).

Moraes, em 1984, realizou 30 experimentos com a intenção de obter novos cimentos epóxicos viáveis para a obturação de canais radiculares. Foram feitos testes de alterações de cor, textura e volume, de radiopacidade, de consistência e tempo de presa, buscando outros radiopacificadores e resina tipo bisfenol A e respectivos endurecedores. Terminados os 30 experimentos, chegou-se a 4 formulações, que foram submetidas aos mesmos testes para comparações com outros materiais obturadores de canais radiculares, como o AH 26 original ou com hidróxido de cálcio, o óxido de zinco e eugenol e gutapercha de várias procedências.

Pavan (1999) analisou a infiltração marginal em obturações retrógradas, utilizando 80 dentes anteriores humanos extraídos. Os mesmos foram distribuídos aleatoriamente em quatro grupos de 20 espécimes cada, de acordo com os materiais retrobturadores utilizados. Os canais foram instrumentados e, então, obturados. Em seguida, realizou-se a ressecção da

porção apical e confeccionaram-se retrocavidades com uma broca esférica número 2, com ponta ativa de 2 mm. As raízes foram impermeabilizadas com duas camadas de Araldite® e duas camadas de esmalte para unhas. As retrobturações foram então, realizadas com os seguintes materiais: grupo I – polímero da mamona; grupo II – epóxico experimental; grupo III – Super-EBA® e grupo IV – ionômero de vidro. Posteriormente, os espécimes foram imersos em solução corante de azul de metileno a 2%, a 37°C, por 48 horas. Após a lavagem, as raízes foram seccionadas e avaliadas, determinando-se a infiltração do corante azul de metileno a 2%, utilizando-se o programa SigmaScan, realizando as medições lineares de infiltração. Os resultados indicaram que o grupo que apresentou a menor infiltração foi o grupo I – polímero da mamona, seguida pelo grupo II – epóxico experimental; grupo IV – ionômero de vidro e grupo III – Super-EBA®, com diferenças estatisticamente significantes entre os grupos I e III. O cimento epóxico experimental usado nesse trabalho foi um dos precursores do Sealepox RP.

Também em 1999, Brandão, avaliou os cimentos resinosos Sealer 26®, Sealer Plus e MBP, uma versão para obturação de canal do MBPc, sendo os dois últimos, experimentais. Como controle, foi utilizado o cimento de óxido de zinco e eugenol. Foram realizados os testes de escoamento, tempo de presa e radiopacidade, segundo a norma ISO/DIS 6876, além dos testes de infiltração marginal apical, pH e liberação de cálcio. Os resultados mostraram que todos os cimentos apresentaram escoamento, tempo de presa e radiopacidade satisfatórios. O cimento de óxido de zinco e eugenol foi o único a apresentar média de infiltração marginal apical acima de 0,4mm. Quanto ao pH, os cimentos Sealer 26® e MBP apresentaram valores acima de 9,0 aos 30 dias. Em relação à liberação de íons cálcio, o MBP apresentou maiores valores aos 30 dias. Sempre crescentes ao longo do tempo. Foram comprovadas as boas propriedades do cimento Sealer 26, enquanto o cimento MBP foi considerado bastante promissor.

Em 2002, Silva-Neto analisou a capacidade seladora e a adaptação marginal, *in vitro*, de alguns materiais quando utilizados em perfurações na região de furca. Utilizaram-se cento e quatro dentes molares humanos extraídos, superiores e/ou inferiores, dos quais oitenta e oito foram usados para

analisar o selamento, por meio da infiltração da solução de Rodamina B a 0,2% e dezesseis para a adaptação marginal, por meio da microscopia eletrônica de varredura. As perfurações foram obturadas com os seguintes materiais: grupo I – MTA Angelus®; grupo II – ProRoot® MTA; grupo III – Super-EBA® e grupo IV – MBPc. Antes da obturação, porém, cada grupo foi dividido em dois subgrupos, um recebendo uma matriz de gesso Paris no fundo da perfuração e o outro não. A leitura da infiltração marginal foi realizada por meio de um microscópio óptico, utilizando-se de escores numéricos – 0,1,2 e 3, para sua quantificação. Para a visualização da adaptação marginal, foi utilizado o microscópio eletrônico de varredura (MEV), obtendo-se fotomicrografias com aumento de 50 a 200x. Quanto a infiltração, os resultados mostraram que o cimento MBPc, quando utilizado sem a matriz de gesso Paris, apresentou os menores índices de infiltração marginal, seguido pelo Super-EBA, havendo diferença estatística entre esses e os cimentos MTA Angelus® e ProRoot® MTA. Na presença da matriz de gesso Paris, o MBPc também foi superior aos demais cimentos, havendo diferença estatística entre ele e os cimentos MTA Angelus® e ProRoot® MTA.

Siqueira et al. (2004) avaliaram comparativamente, *in vitro*, a microinfiltração bacteriana permitida por retrobturações realizadas com o ProRoot® MTA, MTA Angelus® cinza, MBPc e cimento Portland. Para isso, noventa e dois dentes unirradiculados de humanos foram aleatoriamente divididos em quatro grupos de 20 espécimes cada, que receberam os materiais experimentais e dois grupos controles. Os dentes tiveram as coroas removidas e, então, os canais foram instrumentados e, a seguir, apicectomizados. Retrocavidades de 3mm de profundidade foram preparadas e, então, preenchidas com os materiais retrobturadores. Para impedir a passagem de bactérias por canais laterais, aplicou-se Araldite® em toda a superfície radicular externa, exceto sobre a superfície apicectomizada. As raízes foram inseridas em tubos de microcentrífuga (eppendorf), fixadas com Araldite® e mantidas em ambiente úmido durante 15 dias, sendo, então, esterilizadas em óxido nítrico. O conjunto foi montado em frascos de penicilina, e o *Enterococcus faecalis* foi inoculado dentro do tubo de microcentrífuga. O aparato permaneceu a 37°C

durante 50 dias. Nesse período ocorreu infiltração em apenas um espécime de cada grupo experimental.

Em 2006, Cintra et al. avaliaram, quantitativa e qualitativamente, a resposta inflamatória e a formação óssea frente ao implante de tubos de polietileno em alvéolos dentários de ratos, contendo o cimento experimental MBPc, que contém hidróxido de cálcio, comparando-o ao ProRoot® MTA. Foram utilizados 48 ratos, divididos aleatoriamente em três grupos. No grupo I, foram introduzidos no alvéolo dentário, após a extração do respectivo elemento, tubos de polietileno vazios que serviram de controle para os grupos experimentais. No grupo II, foram implantados tubos contendo o cimento ProRoot® MTA, e no grupo III o cimento experimental MBPc. Após 7, 15 e 30 dias da realização do implante, os animais foram sacrificados e as hemimaxilas direitas, que continham os alvéolos e os tubos implantados, foram removidas e processadas em laboratório para a análise em microscopia de luz. Os resultados demonstraram que ambos os materiais tiveram comportamento biológico semelhante, não apresentando diferença estatisticamente significativa.

No mesmo ano, Vasconcelos avaliou algumas propriedades físico-químicas, como, o pH, liberação de íons cálcio, tempo de presa e solubilidade, de alguns cimentos retrobturadores à base de agregado trióxido mineral e de um cimento epóxico experimental (MBPc). Foram, também, realizadas fotomicrografias em M.E.V. de espécimes submetidos a diferentes períodos de imersão, buscando determinar possíveis diferenças quanto às alterações ocorridas em suas superfícies. Além dessas avaliações, foi realizada micro-análise, por difração de raios-X, com o intuito de determinar a composição desses cimentos. Foram avaliados os cimentos ProRoot® MTA, MTA-Angelus® cinza, MTA-Angelus® branco, C.P.M.®, um MTA-experimental desenvolvido na UNESP de Ilha Solteira/SP, e o cimento epóxico experimental, o MBPc, desenvolvido na FOB-USP de Bauru/SP. Para a avaliação do pH e da liberação de íons cálcio foram utilizados tubos de polietileno com 1,0mm diâmetro interno e 10,0mm de comprimento, com apenas uma das extremidades aberta. Os tubos foram preenchidos com os cimentos e imediatamente imersos em tubos de ensaio contendo 10mL de água deionizada, onde permaneceram durante

todo o período experimental. Realizaram-se avaliações nos períodos de 3, 24, 72 e 168 horas, sempre se renovando a água deionizada ao fim de cada período. O pH foi determinado com o auxílio de um pHmetro e a liberação de íons cálcio por meio de um espectrofotômetro de absorção atômica. Os ensaios que se prestaram para a avaliação das propriedades físico-químicas foram realizados conforme a norma #57 da ADA, excetuando-se a determinação do tempo de presa, onde foi incluída a utilização da agulha Gilmore de 453,6g conforme recomenda a norma #C266-03 da ASTM. Os resultados demonstraram que todos os cimentos avaliados apresentam pH alcalino e foram capazes de liberar íons cálcio em quantidade bastante semelhantes, com tendência de redução nos períodos mais longos. Quanto aos tempos de presa, os cimentos da empresa Angelus® foram os que apresentaram os menores tempos. Em contraponto, o cimento MBPc foi o que apresentou tempo de presa mais longo. Considerando-se o ensaio de solubilidade, todos os cimentos enquadraram-se dentro das recomendações da ADA, apresentando valores próximos a 1,0%. A microscopia eletrônica de varredura demonstrou que, de maneira geral, todos os cimentos comportaram-se de maneira semelhante frente à imersão em água destilada em todos os períodos de avaliação. Contudo, a existência de formações cristalinas nas superfícies dos corpos de prova foi mais intensa nos primeiros períodos de imersão. Quanto à composição, foi possível determinar que todos os cimentos, inclusive o MBPc, são compostos, praticamente, pelos mesmos elementos, sendo o oxigênio e o cálcio, os principais.

Peña (2006) avaliou *in vitro* a ação antimicrobiana dos cimentos endodônticos: Sealapex, Sealer 26 e dos cimentos experimentais MBP e MBPc nos seguintes microorganismos: *Staphylococcus aureus*, *Enterococcus faecalis*, *Candida albicans*, *Escherichia coli*, *Pseudomonas aeruginosa* e *Staphylococcus epidermidis*. Os resultados do estudo mostraram que todos os cimentos avaliados apresentaram atividade bacteriana contra os microorganismos testados.

Miranda (2007) avaliou a citotoxicidade, utilizando o método de difusão em Ágar com corante vermelho neutro, o MBPc apresentou maior toxicidade

quando comparado ao ProRoot® MTA cinza e ao MTA Angelus® branco, porém, a mesma foi considerada baixa.

Orosco (2007) analisou a capacidade seladora e a adaptação marginal de tampões apicais confeccionados com diferentes materiais, sob a influência de três técnicas de obturação de canais radiculares. Após a abertura coronária e o preparo biomecânico, os dentes foram divididos em 4 grupos de 30 espécimes cada, de acordo com os materiais utilizados na confecção dos tampões apicais, com 5mm de espessura. Grupo I – pasta L&C; grupo II – MTA Angelus® cinza; grupo III - CPM® e grupo IV – cimento MBPc. A seguir, cada grupo foi dividido em 3 subgrupos, com 10 dentes cada, de acordo com a técnica obturadora utilizada: condensação lateral, híbrida de Tagger e sistema Ultrafil. Realizadas as obturações, os 10 dentes de cada subgrupo, devidamente identificados, foram imersos em solução corante de Rodamina B a 0,2%, pH 7,0, e levados a estufa a 37°C, por 48 horas. A seguir, os dentes foram desgastados longitudinalmente, e a avaliação da infiltração realizada com o programa Image Tool 3.0. Para a análise da adaptação apical, foram obtidas fotomicrografias em MEV, com aumento de 35x e 150x. os resultados mostraram que o cimento MBPc, antecessor do Sealepox RP, apresentou os menores índices de infiltração, com diferença estatística significativa para os demais materiais. O cimento CPM® apresentou os melhores resultados em relação a adaptação às paredes do canal radicular, porém, sem significância estatística. A técnica de obturação não influenciou na infiltração, nem na adaptação às paredes do canal.

3 Proposição

3 PROPOSIÇÃO

O objetivo do presente trabalho foi analisar algumas propriedades físico-químicas de cimentos indicados para a obturação retrógrada, como: pH (potencial hidrogeniônico); capacidade de liberação de íons cálcio; tempo de presa; solubilidade e radiopacidade de 3 cimentos à base do trióxido mineral agregado (MTA), um epóxico experimental e do Clínquer do cimento Portland acrescido de 5% de sulfato de cálcio e de 20% de óxido de bismuto.

4 Material e Métodos

4 MATERIAL E MÉTODOS

4.1 MATERIAL

Foram utilizados cimentos retrobturadores à base de agregado de trióxido mineral: MTA Angelus® branco (*Angelus*), três cimentos experimentais; dois à base de agregado de trióxido mineral: MTA Bio (*Angelus*) e um fotopolimerizável (*Bisco*); e outro à base de resina epóxica; o Sealepox RP, desenvolvido pelo Prof. Dr. Ivaldo Gomes de Moraes na disciplina de Endodontia da Faculdade de Odontologia de Bauru e o Clínquer de cimento Portland acrescido 5% de sulfato de cálcio e 20% de óxido de bismuto.

4.1.1 MTA Angelus branco (*Angelus*)

Sua embalagem é composta por dois frascos, um de vidro contendo 1g de pó, e outro de plástico com bico dosador contendo 3 mL de água destilada. O pó apresenta a seguinte composição, em proporção de peso, segundo o fabricante:

- Cimento Portland – 80%
 - silicato tricálcico - 3CaO-SiO_2
 - silicato dicálcico - 2CaO-SiO_2
 - aluminato tricálcico – $3\text{CaO-Al}_2\text{O}_3$
 - ferroaluminato tetracálcico - $4\text{CaO-Al}_2\text{O}_3\text{-Fe}_2\text{O}_3$
- Óxido de bismuto – Bi_2O_3 – 20%

A bula do material informa que os constituintes são os mesmos do MTA Angelus® cinza (*Angelus*), porém, com uma menor quantidade de

ferroaluminato tetracálcico na composição do clínquer do cimento Portland, a partir do qual é fabricado.

4.1.2 MTA experimental (MTA Bio – Angelus)

A composição desse material é equivalente ao MTA Angelus®, porém, os constituintes para a fabricação são coletados individualmente, diferentemente dos outros materiais à base de agregado de trióxido mineral, que são obtidos a partir do clínquer do cimento Portland. Essa nova maneira de coleta objetivou eliminar o arsênico e o chumbo, geralmente encontrados no MTA Angelus convencional.

- Cimento Portland – 80%
 - silicato tricálcico - 3CaO-SiO_2
 - silicato dicálcico - 2CaO-SiO_2
 - aluminato tricálcico – $3\text{CaO-Al}_2\text{O}_3$
 - ferroaluminato tetracálcico - $4\text{CaO-Al}_2\text{O}_3\text{-Fe}_2\text{O}_3$
- Óxido de bismuto – Bi_2O_3 – 20%

4.1.3 MTA fotopolimerizável experimental (Bisco)

O cimento fotopolimerizável experimental foi desenvolvido pela Northwestern University Medical School, sendo composto por:

- AeroSil – 8,0%
- Resina hidrofílica biocompatível – 42,5% (BisGMA – 20%; resina biocompatível – FDA – 77,25%; agente modificador – 2,4%; agente iniciador – 0,32%; agente estabilizador do iniciador – 0,032%)

- Componentes ativos do MTA – 44,5%
- Sulfato de bário – 5%

4.1.4 Sealepox RP (Disciplina de Endodontia FOB-USP)

É um cimento resinoso que contém hidróxido de cálcio. Apresenta-se na forma pasta/pasta, sendo uma base, de consistência mais firme, e outra catalisadora. Trata-se de um material em fase de patente, portanto, sua composição não será divulgada, apenas seus constituintes:

- Pasta base
 - Hidróxido de cálcio – CaOH_2
 - Tungstato de cálcio
 - Fosfato de cálcio
 - Resina epóxica
- Pasta catalisadora
 - Sulfato de bário
 - Subnitrato de bismuto
 - Endurecedor para resina epóxica
 - Poliol de poliuretano vegetal (mamona)

4.1.5 Clínquer de cimento Portland acrescido de 5% de sulfato de cálcio e 20% de óxido de bismuto

O clínquer de cimento Portland foi obtido diretamente da fábrica de cimento. O mesmo se apresentava em forma de pequenas esferas, que foram trituradas com auxílio de gral e pistilo. Após a trituração, o clínquer foi tamisado em tamises com malhas de 0,125 mm, 0,074 mm e 0,062 mm seqüencialmente, até a obtenção de partículas bem finas. Ao clínquer foram acrescidos 5% de sulfato de cálcio, em peso, e 20% de óxido de bismuto.

Para todos os materiais à base de MTA a proporção pó-líquido recomendada é de 3:1 em peso; já para o cimento Sealepox RP a proporção é de 3 (três) partes da pasta base para 1 (uma) parte da pasta catalisadora. O MTA fotopolimerizável encontra-se disposto em uma bisnaga que não necessita de manipulação.

4.2 MÉTODOS

Para a realização de todos os testes, os materiais foram pesados previamente em balança de alta precisão para respeitar as proporções indicadas pelos fabricantes. Para os cimentos à base de agregado de trióxido mineral, a proporção pó-líquido utilizada foi de 3:1. Enquanto que, para o cimento experimental à base de resina epóxica, a proporção foi de 3:1 (pasta base/pasta catalisadora). Já o MTA fotopolimerizável, foi utilizado seguindo-se as especificações do fabricante.

Para facilitar os ensaios, foram mantidos os mesmos grupos em todos os ensaios, como demonstra o quadro I.

GRUPO	MATERIAL
I	MTA Angelus branco
II	MTA Bio
III	MTA fotopolimerizável
IV	Sealepox RP
V	Clínquer + 5% sulfato de cálcio + 20 % óxido de bismuto

Quadro I - Grupos de acordo com os materiais utilizados

4.2.1 Análise do pH e liberação de íons cálcio

Tanto para a aferição do pH quanto para a determinação da capacidade de liberação de íons cálcio foram utilizados tubos de polietileno com diâmetro interno de 1,0 mm e comprimento de 1cm com apenas uma de suas extremidades aberta. Inicialmente, uma das extremidades do tubo foi ocluída pela compressão de suas bordas com um instrumento aquecido. A seguir, os cimentos foram inseridos no interior dos tubos com o auxílio de calcadores do tipo Paiva até o completo preenchimento dos mesmos. Foram

preparados 5 (cinco) espécimes de cada cimento que foram utilizados para os dois testes.

Após o preenchimento dos cinco tubos correspondentes a cada cimento, os espécimes foram imediatamente imersos em tubos de ensaio contendo 10 mL de água deionizada, que foram, então, vedados e levados à estufa a 37°C, onde permaneceram por todo o período experimental. Para evitar qualquer tipo de interferência nos resultados, toda a vidraria foi previamente tratada com ácido nítrico. As avaliações foram realizadas nos períodos de 3 horas, 24 horas, 72 horas e 168 horas (7 dias), e, a cada período, os espécimes eram cuidadosamente retirados do tubo de ensaio e imersos em um novo tubo com o mesmo volume de água deionizada.

4.2.1.1 Determinação do pH

A determinação do pH foi realizada por meio de um pHmetro analógico (371, Micronal, São Paulo, Brasil) previamente calibrado com soluções de pH conhecido (4 e 7). Após a remoção do espécime, o tubo de ensaio era levado a um agitador por 5 segundos. Após a agitação, o líquido era vertido em um Becker, e então, colocado em contato com o eletrodo do pHmetro.

4.2.1.2 Determinação da liberação de íons cálcio

Após a determinação do pH, a solução contida no Becker foi novamente agitada e armazenada em tubos de micro-centrífuga de 1,5mL. Esses tubos foram armazenados sob refrigeração até que todos os períodos experimentais fossem realizados, isto é, após 168 horas, quando, então, foram iniciados os procedimentos para a leitura dos valores da liberação de íons cálcio em espectrofotômetro de absorção atômica. Assim, todos os espécimes

de todos os grupos e de todos os períodos foram analisados no mesmo dia. Para a monitoração do Ca^{++} foi empregado um espectrofotômetro de absorção atômica equipado com uma lâmpada de cátodo oco específica para o cálcio. As condições de operação foram: corrente da lâmpada: 3 miliamperes; combustível: acetileno; suporte: oxigênio; estequiometria: redutor. Para o comprimento de onda e fenda foram efetuados testes pilotos para a determinação correta. Para prevenir possíveis interferências de fosfato e metais alcalinos, as amostras e padrões foram diluídas em EDTA 10%, e a vidraria empregada foi previamente lavada com ácido nítrico. Uma solução padrão estoque de 10 mg% foi diluída em EDTA 10% de forma que se obteve as seguintes concentrações: 0,025 mg%; 0,05 mg%; 0,1 mg%; 0,2 mg%; e 0,5 mg%. As amostras foram diluídas conforme o necessário. Para levar o aparelho a zero de observância, foi empregado como branco o EDTA 10%. Os cálculos da liberação foram efetivados por meio da equação da reta da curva padrão. A leitura da liberação de íons Ca^{++} foi efetuada nos mesmos períodos utilizados na leitura do pH. As condições para a utilização do aparelho foram determinadas seguindo as recomendações do fabricante, utilizado um comprimento de onda de 422,70 nm, uma fenda de 0,2 nm, uma corrente de 10 mA na lâmpada, e uma estequiometria levemente redutora, mantida por um fluxo de acetileno a 2 litros por minuto, suportada por ar.

4.2.2 Determinação do tempo de presa

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

Por suas características próprias, o MTA fotopolimerizável não foi submetido a este teste.

O ensaio foi realizado em condições de temperatura e umidade controladas, $37^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ e $95\% \pm 5\%$, respectivamente. Para a realização desta avaliação os cimentos, previamente proporcionados, foram manipulados e inseridos em anéis metálicos com 10 mm de diâmetro e 2 mm de altura. Foram confeccionados 3 (três) corpos de prova para cada cimento. Decorridos 180 segundos do início da espatulação, os espécimes foram submetidos à marcação com pressões verticais exercidas por agulhas de Gilmore, inicialmente, com a de 113,5 g determinando a presa inicial e, posteriormente, com a de 453,5 g, determinando-se a presa final. Foram registrados os tempos decorridos desde o início da espatulação até o momento em que não foi mais possível visualizar qualquer tipo de endentação de cada agulha na superfície tocada do espécime, representando, respectivamente, a presa inicial (113,5g) e final (453,5 g) de cada cimento.

4.2.3 Determinação da solubilidade

Para a determinação da solubilidade foram confeccionados corpos de prova dos cimentos, seguindo-se as orientações da especificação número 57 da ADA (ESTRELA, 2005). Foram confeccionados 3 corpos de prova para cada cimento. Assim, anéis de teflon com 20 mm de diâmetro e 1,5 mm de altura foram preenchidos totalmente com os cimentos devidamente manipulados. No interior da massa do cimento foi inserido um fio de nylon para que futuramente o espécime pudesse ser mantido suspenso, e imerso na água destilada, durante todo o período experimental. Para o correto preenchimento, os anéis foram colocados sobre placas de vidro protegidas com papel celofane, depois de preenchidos, outra placa também protegida foi colocada sobre os anéis, e o conjunto foi levado à estufa, onde permaneceu a 37°C por três vezes o tempo de presa do material. Decorrido este período, os espécimes foram retirados dos anéis, e por meio de um pincel bem fino, as partículas soltas foram removidas de sua superfície. Os corpos de prova foram pesados em balança analítica, com precisão de até milésimos de grama. Os espécimes foram mantidos em

recipientes tampados contendo 50 mL de água destilada por um período de 7 (sete) dias, cuidando-se para que os corpos de prova ficassem suspensos, imersos na água, não tocando as paredes do recipiente. Decorrido o período, os corpos de prova foram removidos dos recipientes, suavemente lavados com água destilada, secos em papel filtro e levados ao desumidificador por 24 horas e, então, novamente pesados. O valor da solubilidade foi determinado por meio do cálculo da quantidade de cimento, em peso, que foi perdida durante o período de imersão, isto é, pela diferença de peso do corpo de prova antes e após a imersão em água.

4.2.4 Radiopacidade

Para a determinação da radiopacidade, foram confeccionados corpos de prova cilíndricos com os cimentos em teste e cilindros de dentina de mesma espessura. Os cimentos devidamente proporcionados e espatulados foram vertidos, com os devidos cuidados para evitar inclusão de bolhas de ar, em anéis metálicos com 10 mm de diâmetro e 2 mm de altura, os quais foram colocados sobre placas de vidro plana e lisa. Outra placa foi assentada e comprimida sobre os anéis para planificar a superfície e uniformizar a espessura do corpo de prova. O conjunto foi conservado a 37⁰C. Depois da presa dos cimentos, as placas foram retiradas e as espessuras dos corpos de prova conferidas com paquímetro. Qualquer aumento foi compensado por raspagem das superfícies dos mesmos.

Os cilindros de dentina foram obtidos de raízes de dentes humanos. As raízes foram seccionadas com disco de *carborundun*, obtendo-se cilindros com 2 mm de espessura, medidos com auxílio de um paquímetro. Todos os corpos de prova foram preliminarmente radiografados, para constatar presença ou não de bolhas, onde foram descartados os que apresentaram bolhas. Os aprovados foram dispostos sobre filme oclusal insight Kodak, conjuntamente com um penetrômetro de alumínio.

Os filmes foram sensibilizados com um aparelho de raios-X Dabi Atlante, com quilovoltagem de 60 kV, miliamperagem de 10 mA com tempos de exposição de 0,3 s. A distância foco/filme foi de 30 cm. A análise da radiopacidade foi realizada por imagem digital.

Após a sensibilização e processamento das películas, as imagens foram digitalizadas e analisadas quanto à densidade radiográfica no programa Digora 1.51. O valor da radiopacidade foi determinado em densidade radiográfica, que foi, também, convertida em milímetros de alumínio (mm Al). A conversão foi realizada determinando-se a densidade radiográfica correspondente a cada milímetro de alumínio, de acordo com cada intervalo entre os milímetros, isto é, entre 1 e 2, 2 e 3, 3 e 4, etc. Para se obter o valor de cada material, foi observado em qual intervalo ele estava, ou seja, se o valor da sua densidade estava entre, por exemplo, o intervalo 4 e 5, 5 e 6, etc. A cada intervalo o 1 mm corresponde a valores distintos; por exemplo, a diferença entre o 4 e 5 é $16,83 (5) = 162,07 - (4) = 145,24$ e entre 5 e 6 é $14,39 (6) = 176,46 - (5) = 162,07$. Assim se, por exemplo, quando a densidade do material apresentasse o valor entre 5 e 6, o cálculo foi realizado da seguinte maneira. Do valor da densidade do material foi subtraído o valor correspondente a 5mm de alumínio, essa diferença foi convertida em milímetros de alumínio utilizando-se para o cálculo uma regra de três simples. Exemplo:

- Valor correspondente a 5 mm Al = 162,07
- Valor da densidade do material = 170,16
- Diferença entre densidade material/5 mm Al = 8,09
- Diferença entre densidade de 5 e 6 mm Al = 14,39
- Cálculo do valor da densidade do material em mm de Al.
- Se o valor 14,39 corresponde a 1 mm de Al. (entre 5 e 6) 8,09 corresponderá a X; isto é: $14,39 \text{-----} 1$

$$8,09 \text{-----} X$$

$$X = 0,56$$

Assim, adicionando-se 0,56 ao valor 5, têm-se o valor da radiopacidade do material, em milímetros de alumínio, isto é, 170,16 em densidade radiográfica é correspondente a 5,56 mm Al.

Os valores dos materiais e da dentina foram comparados entre si, tanto nos valores de densidade radiográfica, como em mm de Al pelo ANOVA a 1 critério para comparação global e teste de Tukey para os confrontos individuais.

5 Resultados

5 RESULTADOS

Com o objetivo de facilitar a compreensão, os resultados serão apresentados de acordo com cada análise efetuada.

5.1 ANÁLISE DO pH

Os valores de pH e os desvios padrão encontrados para cada cimento, de acordo com cada período, estão expressos na tabela 1.

Tabela 1 - Médias e desvios padrão do pH dos cimentos estudados

Cimento	3 horas		24 horas		72 horas		168 horas	
	média	d.p.	média	d.p.	média	d.p.	média	d.p.
MTA Angelus	9,68	1,03	9,22	0,59	8,68	0,52	9,16	0,47
MTA Bio	9,94	0,99	9,90	0,83	10,28	0,25	10,46	0,20
MTA fotopolimerizável	7,84	0,37	8,26	0,08	8,10	0,33	8,22	0,30
Sealepox RP	9,36	0,39	9,30	0,29	8,26	0,11	8,24	0,31
Clínquer	10,54	0,36	10,40	0,18	9,30	0,66	9,14	1,12

Figura 1 - Gráfico representativo da variação das médias do pH dos cimentos avaliados, em função do tempo

Os resultados foram tabelados e submetidos ao teste não-paramétrico de Kruskal Wallis e ao teste de Miller para as comparações individuais ($P < 0,05$). As tabelas x, y,z, w e q representam as comparações individuais entre os materiais, em função dos períodos avaliados (3 horas, 24 horas, 72 horas e 168 horas).

Tabela 2 - Comparações individuais pelo teste de Miller do pH dos cimentos no período de 3 horas

COMPARAÇÃO	INTERPRETAÇÃO
ANGELUS X BIO	Não signific.
ANGELUS X CLINQUER	Não signific.
ANGELUS X FOTO	Não signific.
ANGELUS X SEALEPOX RP	Não signific.
BIO X CLINQUER	Não signific.
BIO X FOTO	Não signific.
BIO X SEALEPOX RP	Não signific.
CLINQUER X FOTO	SIGNIFICANTE
CLINQUER X SEALEPOX RP	Não signific.
FOTO X SEALEPOX RP	Não signific.

Tabela 3 - Comparações individuais pelo teste de Miller do pH dos cimentos no período de 24 horas

COMPARAÇÃO	INTERPRETAÇÃO
ANGELUS X BIO	Não signific.
ANGELUS X CLINQUER	Não signific.
ANGELUS X FOTO	Não signific.
ANGELUS X SEALEPOX RP	Não signific.
BIO X CLINQUER	Não signific.
BIO X FOTO	SIGNIFICANTE
BIO X SEALEPOX RP	Não signific.
CLINQUER X FOTO	SIGNIFICANTE
CLINQUER X SEALEPOX RP	Não signific.
FOTO X SEALEPOX RP	Não signific.

Tabela 4 - Comparações individuais pelo teste de Miller do pH dos cimentos no período de 72 horas

COMPARAÇÃO	INTERPRETAÇÃO
ANGELUS X BIO	Não signific.
ANGELUS X CLINQUER	Não signific.
ANGELUS X FOTO	Não signific.
ANGELUS X SEALEPOX RP	Não signific.
BIO X CLINQUER	Não signific.
BIO X FOTO	SIGNIFICANTE
BIO X SEALEPOX RP	SIGNIFICANTE
CLINQUER X FOTO	Não signific.
CLINQUER X SEALEPOX RP	Não signific.
FOTO X SEALEPOX RP	Não signific.

Tabela 5 - Comparações individuais pelo teste de Miller do pH dos cimentos no período de 168 horas

COMPARAÇÃO	INTERPRETAÇÃO
ANGELUS X BIO	Não signific.
ANGELUS X CLINQUER	Não signific.
ANGELUS X FOTO	Não signific.
ANGELUS X SEALEPOX RP	Não signific.
BIO X CLINQUER	Não signific.
BIO X FOTO	SIGNIFICANTE
BIO X SEALEPOX RP	SIGNIFICANTE
CLINQUER X FOTO	Não signific.
CLINQUER X SEALEPOX RP	Não signific.
FOTO X SEALEPOX RP	Não signific.

5.2 LIBERAÇÃO DE ÍONS CÁLCIO

Os valores médios da liberação de íons cálcio e os desvios padrão apresentados pelos cimentos, em função do tempo de imersão em água deionizada, encontram-se expressos na tabela 6. A figura 2 representa graficamente a liberação de íons cálcio de cada material e a evolução da mesma em cada período avaliado. Foi aplicado o teste de Kruskal Wallis para comparação global e Miller para comparações individuais.

Tabela 6 - Médias e desvios padrão da liberação de íons cálcio dos cimentos estudados

Cimento	3 horas		24 horas		72 horas		168 horas	
	média	d.p.	média	d.p.	média	d.p.	média	d.p.
MTA Angelus	10,92	5,45	2,56	1,26	3,72	1,03	4,54	1,95
MTA Bio	10,20	1,70	8,80	1,59	8,76	2,54	16,88	13,38
MTA fotopolimerizável	2,74	2,09	2,26	1,50	2,14	0,30	2,44	0,16
Sealepox RP	2,90	1,30	1,52	0,74	1,82	0,47	1,42	0,76
Clínquer	19,46	13,58	8,52	2,84	4,20	2,02	4,58	0,39

*valores expressos em mg/L

Figura 2 - Gráfico representativo da variação das médias da liberação de íons cálcio dos cimentos avaliados, em função do tempo

Tabela 7 - Comparações individuais pelo teste de Miller da liberação de íons cálcio dos cimentos no período de 3 horas

COMPARAÇÃO	INTERPRETAÇÃO
ANGELUS X BIO	Não signific.
ANGELUS X CLINQUER	Não signific.
ANGELUS X FOTO	Não signific.
ANGELUS X SEALEPOX RP	Não signific.
BIO X CLINQUER	Não signific.
BIO X FOTO	Não signific.
BIO X SEALEPOX RP	Não signific.
CLINQUER X FOTO	SIGNIFICANTE
CLINQUER X SEALEPOX RP	Não signific.
FOTO X SEALEPOX RP	Não signific.

Tabela 8 - Comparações individuais pelo teste de Miller da liberação de íons cálcio dos cimentos no período de 24 horas

COMPARAÇÃO	INTERPRETAÇÃO
ANGELUS X BIO	Não signific.
ANGELUS X CLINQUER	Não signific.
ANGELUS X FOTO	Não signific.
ANGELUS X SEALEPOX RP	Não signific.
BIO X CLINQUER	Não signific.
BIO X FOTO	SIGNIFICANTE
BIO X SEALEPOX RP	SIGNIFICANTE
CLINQUER X FOTO	Não signific.
CLINQUER X SEALEPOX RP	SIGNIFICANTE
FOTO X SEALEPOX RP	Não signific.

Tabela 9 - Comparações individuais pelo teste de Miller da liberação de íons cálcio dos cimentos no período de 72 horas

COMPARAÇÃO	INTERPRETAÇÃO
ANGELUS X BIO	Não signific.
ANGELUS X CLINQUER	Não signific.
ANGELUS X FOTO	Não signific.
ANGELUS X SEALEPOX RP	Não signific.
BIO X CLINQUER	Não signific.
BIO X FOTO	SIGNIFICANTE
BIO X SEALEPOX RP	SIGNIFICANTE
CLINQUER X FOTO	Não signific.
CLINQUER X SEALEPOX RP	Não signific.
FOTO X SEALEPOX RP	Não signific.

Tabela 10 - Comparações individuais pelo teste de Miller da liberação de íons cálcio dos cimentos no período de 168 horas

COMPARAÇÃO	INTERPRETAÇÃO
ANGELUS X BIO	Não signific.
ANGELUS X CLINQUER	Não signific.
ANGELUS X FOTO	Não signific.
ANGELUS X SEALEPOX RP	Não signific.
BIO X CLINQUER	Não signific.
BIO X FOTO	SIGNIFICANTE
BIO X SEALEPOX RP	SIGNIFICANTE
CLINQUER X FOTO	Não signific.
CLINQUER X SEALEPOX RP	Não signific.
FOTO X SEALEPOX RP	Não signific.

5.3 TEMPO DE PRESA

As médias dos tempos de presa inicial e final dos cimentos avaliados estão apresentadas na tabela 11. Por suas características próprias, o MTA fotopolimerizável não foi submetido a este teste.

Tabela 11 - Média dos tempos de presa inicial e final dos cimentos avaliados

CIMENTO	TEMPO DE PRESA INICIAL	TEMPO DE PRESA FINAL
	(113,5 g) *	(456,5 g) *
MTA ANGELUS	9,33	23,33
MTA Bio	11,0	23,33
MTA FOTOPOLIMERIZÁVEL		
SEALEPOX RP	110,0	170,33
CLÍNQUER	27,66	180,0

* Valores expressos em minutos

Tabela 12 Comparações individuais pelo teste de Tukey do tempo de presa inicial

COMPARAÇÃO	INTERPRETAÇÃO
ANGELUS X BIO	Não signific.
ANGELUS X CLINQUER	SIGNIFICANTE
ANGELUS X SEALEPOX RP	SIGNIFICANTE
BIO X CLINQUER	SIGNIFICANTE
BIO X SEALEPOX RP	SIGNIFICANTE
CLINQUER X SEALEPOX RP	SIGNIFICANTE
FOTO X SEALEPOX RP	Não signific.

Tabela 13 - Comparações individuais pelo teste de Tukey do tempo de presa final

COMPARAÇÃO	INTERPRETAÇÃO
ANGELUS X BIO	Não signific.
ANGELUS X CLINQUER	SIGNIFICANTE
ANGELUS X SEALEPOX RP	SIGNIFICANTE
BIO X CLINQUER	SIGNIFICANTE
BIO X SEALEPOX RP	SIGNIFICANTE
CLINQUER X SEALEPOX RP	SIGNIFICANTE

5.4 SOLUBILIDADE

As médias da solubilidade dos cimentos estudados estão dispostas na tabela 14. A figura 3 é a representação gráfica das mesmas.

Tabela 14 - Médias da solubilidade dos cimentos estudados

CIMENTO	MÉDIA SOLUBILIDADE
MTA ANGELUS BRANCO	3,47%
MTA Bio	3,51%
MTA FOTOPOLIMERIZÁVEL	0,10%
SEALEPOX RP	0,58%
CLÍNQUER	2,42%

Figura 3 - Gráfico representativo da solubilidade dos cimentos avaliados

5.5 RADIOPACIDADE

As médias de radiopacidade (em mm de Al) dos cimentos estudados e dos cilindros de dentina estão dispostas na tabela 15. A figura 4 é a representação gráfica das médias de radiopacidade.

Tabela 15 - Médias e desvios padrão da radiopacidade dos cimentos estudados

CIMENTO	MÉDIA*	DESVIO PADRÃO
MTA ANGELUS	6,45	0,60
MTA Bio	3,93	0,22
MTA FOTOPOLIMERIZÁVEL	1,21	0,14
SEALEPOX RP	5,40	0,35
CLÍNQUER	4,48	0,48
DENTINA	1,00	0,00

*Valores em mm de Al

Figura 4 - Gráfico representativo da radiopacidade dos cimentos avaliados

Tabela 16 - Comparações individuais, pelo teste de Tukey, da radiopacidade dos cimentos estudados e da dentina

COMPARAÇÃO	INTERPRETAÇÃO
ANGELUS X BIO	SIGNIFICANTE
ANGELUS X CLINQUER	SIGNIFICANTE
ANGELUS X DENTINA	SIGNIFICANTE
ANGELUS X FOTO	SIGNIFICANTE
ANGELUS X SEALEPOX RP	SIGNIFICANTE
BIO X CLINQUER	Não signific.
BIO X DENTINA	SIGNIFICANTE
BIO X FOTO	SIGNIFICANTE
BIO X SEALEPOX RP	SIGNIFICANTE
CLINQUER X DENTINA	SIGNIFICANTE
CLINQUER X FOTO	SIGNIFICANTE
CLINQUER X SEALEPOX RP	SIGNIFICANTE
DENTINA X FOTO	Não signific.
DENTINA X SEALEPOX RP	SIGNIFICANTE
FOTO X SEALEPOX RP	SIGNIFICANTE

6 Discussão

6 DISCUSSÃO

6.1 DA METODOLOGIA

O presente trabalho teve por objetivo avaliar algumas propriedades físico-químicas de cimentos retrobturadores. As propriedades avaliadas foram: potencial hidrogeniônico (pH), capacidade de liberação de íons cálcio, tempo de presa, solubilidade e radiopacidade. Quanto ao pH, encontram-se na literatura relatos da determinação desta propriedade tanto *in vivo* (TRONSTAD et al., 1981, ESTRELA; PESCE, 1996) quanto *in vitro* (ANTHONY; GORDON; DEL RIO, 1982, GORDON; ALEXANDER, 1986, TORABINEJAD et al., 1995, BRANDÃO, 1999, DEAL et al., 2002, DUARTE et al., 2003, DUARTE; MORAES; DEMARCHI, 2004, FERREIRA et al., 2004, SANTOS et al., 2005, CHNG et al., 2005, ISLAM; CHNG; YAP, 2006). Sem dúvida, os estudos que avaliam os materiais *in vivo* fornecem resultados mais próximos da realidade, entretanto, as dificuldades de execução e os aspectos éticos têm transformado esses estudos em artigos raros quando se tratam de avaliações de propriedades físico-químicas. No que se refere aos estudos *in vitro*, várias foram as formas descritas para a determinação do pH.

A metodologia empregada, neste estudo, consistiu da imersão imediata dos materiais, em água deionizada, e da aferição dos valores do pH por meio de um pHmetro, nos períodos pré-estabelecidos, quando, também, realizava-se a troca da água deionizada, fazendo com que cada material tivesse seu pH aferido somente em função do período analisado, não havendo um somatório de valores. (DUARTE et al., 2004, SANTOS et al., 2005). A aferição do pH por meio do pHmetro, é o método mais difundido na literatura (ANTHONY; GORDON; ALEXANDER, 1982, GORDON; ALEXANDER, 1986, TORABINEJAD et al., 1995, BRANDÃO, 1999, DEAL et al., 2002, DUARTE et al., 2003, DUARTE et al., 2004, FERREIRA et al., 2004, SANTOS et al., 2005, CHNG et al., 2005, ISLAM; CHNG; YAP, 2006), entretanto, outros métodos, como a utilização de potenciômetro (TAMBURIC; VULETA; OGNJANOVIC,

1993) e até mesmo de corante (STAHELE et al., 1995), também foram relatados. Quanto aos corpos de prova, neste estudo, tubos de polietileno preenchidos com os cimentos foram utilizados de maneira semelhante à descrita por Duarte et al. (1996) corroborada por diversos outros trabalhos (DUARTE et al., 1999, BRANDÃO, 1999, DUARTE et al., 2000, DUARTE et al., 2003, DUARTE et al., 2004, FERREIRA et al., 2004, SANTOS et al., 2005). Por outro lado, outros métodos de avaliação já foram propostos, Anthony, Gordon e Alexander (1982) após espatularem o cimento, optaram por colocarem-no diretamente na solução, assim como Torabinejad et al. (1995). Entretanto, esta forma de imersão direta, onde o material é inteiramente dissolvido na solução acaba resultando em valores de pH bem acima dos que realmente podem ser encontrados em clínica, já que a área de contato dos materiais com os fluídos tissulares, quando no interior dos dentes, é bastante restrita. A confecção de corpos de prova dos cimentos a serem testados foi proposta por Tagger, Tagger e Kfir (1988). Todavia, este método apresenta a desvantagem de se poder imergir os corpos de prova na solução, somente após a presa final dos cimentos. Tal procedimento não permite a análise do pH inicial do cimento, além da possibilidade de solubilização superficial do material ainda não totalmente endurecido, além da grande área de contato do material com o líquido de imersão, já mencionada. A determinação do pH diretamente na massa do cimento recém manipulado, por meio de microeletrodos introduzidos no interior da mesma (DEAL et al., 2002, CHNG et al., 2005, ISLAM; CHNG; YAP, 2006), também tem sido descrita na literatura, porém, apesar de preciso, este método, além de não fornecer dados do potencial alcalinizador dos materiais, não permite avaliações a longo prazo. Independente da forma como for desenvolvido o experimento, deve-se ter ciência que comparações entre os resultados das diversas pesquisas podem demonstrar divergências por conta da área de contato dos materiais com o líquido onde se encontraram imersos, tornando difícil a comparação direta dos resultados. Neste estudo, realizou-se a substituição da água deionizada, onde permaneceram imersos os corpos de prova, sempre após cada período de avaliação. (TAMBURIC; VULETA; OGNJANOVIC, 1993, DUARTE et al., 1996, BRANDÃO, 1999, DUARTE et al., 2000, DUARTE et al., 2003, SANTOS et al., 2005). No entanto, este procedimento não é unanimidade entre os pesquisadores. (ANTHONY;

GORDON; DEL RIO, 1982, GORDON; ALEXANDER, 1986, FIDEL et al., 1993, TORABINEJAD et al., 1995, DUARTE et al., 2004, FERREIRA et al., 2004). A escolha de qualquer um dos métodos está na dependência da maneira como se deseja realizar a interpretação dos resultados obtidos. Quando da não renovação do líquido tem-se sempre uma ascendência dos valores, o que facilita a compreensão do desempenho dos materiais ao longo do tempo, enquanto que, quando é empregada a renovação, tem-se condições para determinar em que período ocorreu a maior liberação de íons, visto que o pH esta diretamente relacionado com a liberação de íons hidroxila.

Mesmo procurando-se aproximar ao máximo as condições empregadas no experimento com as condições encontradas em clínica, a extrapolação dos resultados para a determinação do que, realmente, ocorre não pode ser realizada, pois, clinicamente existem muitos fatores que podem ter influência na liberação de íons, alterando o pH dos materiais, o que, com certeza, implicará na alteração dos valores.

Além da aferição do pH dos cimentos em teste, avaliou-se, também a capacidade de liberação de íons cálcio dos mesmos. Esta liberação foi determinada em função da concentração de íons cálcio presente nas soluções onde os corpos de prova permaneceram imersos por diferentes períodos de tempo. (TAGGER; TAGGER; KFIR, 1988, TAMBURIC; VULETA; OGNJANOVIC, 1993, BRANDÃO, 1999, DUARTE et al., 2000, DUARTE et al., 2003, DUARTE et al., 2004, FERREIRA et al., 2004, SANTOS et al., 2005, LOHBAUER et al., 2005, BOZEMAN; LEMON; ELEAZER, 2006). Foram utilizados corpos de prova preparados pelo preenchimento de tubos de polietileno com os cimentos. (BRANDÃO, 1999, DUARTE et al., 2000, DUARTE et al., 2003, DUARTE et al., 2004, FERREIRA et al., 2004, SANTOS et al., 2005). Todavia, na literatura pode-se encontrar relatos de estudos que imergiram corpos de prova formados unicamente pelo material avaliado. (TORABINEJAD et al., 1995, DEAL et al, 2002). A imersão de corpos de prova compostos unicamente pelo material em teste demonstra como principais desvantagens a impossibilidade de imersão antes do endurecimento total do material, e a grande superfície de contato existente entre o material e a

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

Embora a determinação da liberação de íons cálcio seja, mais comumente realizada *in vitro*, Estrela e Pesce (1996) determinaram *in vivo* a liberação de íons cálcio de pastas, por meio da condutometria por titulação de EDTA, em tecido subcutâneo de cães. Apesar de representar o método mais próximo de simular a condição clínica, apresenta-se como um método de difícil execução, que, além dos cuidados histotécnicos, ainda necessita de criterioso estudo bioquímico para determinar qual a quantidade real de cálcio que existe nos espécimes como um todo

Como dispositivo para determinação dos íons cálcio em solução, utilizou-se um espectrofotômetro de absorção atômica. (SILVA et al., 1997, BRANDÃO, 1999, DUARTE et al., 2000, DUARTE et al., 2003, DUARTE et al., 2004, SANTOS et al., 2005). Contudo, a literatura apresenta relatos da utilização de potenciômetros munidos de eletrodo específico para cálcio (TAGGER; TAGGER; KFIR, 1988, TAMBURIC; VULETA; OGNJANOVIC, 1993), do uso da espectroscopia foto-elétrica (BOZEMAN; LEMON; ELEAZER, 2006) e do emprego de métodos colorimétricos, baseados na alteração da intensidade de cor de uma reação entre o íon cálcio e um reagente específico (FERREIRA et al., 2004, LOHBAUER et al., 2006). De maneira semelhante à já discutida para a determinação do pH, também, para a avaliação da capacidade de liberação de íons cálcio, existem relatos na literatura da renovação da solução onde os espécimes permaneceram imersos, ou a não renovação desse líquido, permanecendo o espécime na mesma solução durante todos os períodos experimentais. No presente estudo, optou-se por efetuar a renovação das soluções devido à possibilidade da determinação do momento em que ocorreu a redução da liberação dos íons cálcio.

Com relação à determinação do tempo de presa, a imensa maioria dos estudos encontrados na literatura obedece às normas da ADA (*American Dental Association*) ou da ISO (*International Standards Organization*), mais precisamente as normas #30 (TORABINEJAD et al., 1995) ou #57 da ADA (MORAES, 1984, FIDEL et al., 1995, MCMICHEN et al., 2003) e a #6876 da ISO (CHNG et al., 2005, ISLAM; CHNG; YAP, 2006). O presente estudo foi

desenvolvido seguindo a recomendação #57 da ADA, utilizando-se a agulha Gilmore de 113,5 gramas, como, também, recomendado pela ASTM (*American Society for Tests and Materials*) na normatização #C266-03, que possibilitou a verificação do tempo de presa inicial dos cimentos testados. A inclusão da agulha permitiu avaliar os tempos de presa inicial (113,5g) e final (456,5g) dos cimentos em teste. O mesmo método foi empregado por Chng et al. (2005) e por Islam, Chng e Yap (2006) entretanto, é mais comum na literatura a utilização, unicamente, da agulha Gilmore de 113,5 gramas. (FIDEL et al., 1995, TORABINEJAD et al., 1995, MCMICHEN et al., 2003). Todavia, Moraes (1984) e Duarte et al. (1999) utilizaram unicamente a agulha de 456,5 gramas. A utilização de agulha mais pesada permite a determinação do tempo de presa de maneira mais precisa. (DUARTE et al., 1999).

Outra propriedade físico-química avaliada foi a solubilidade, que, assim como o tempo de presa, apresenta normatizações que procuram padronizar os estudos laboratoriais. As normas #30 e #57 da ADA e 6876 da ISO versam sobre essa característica, sem nenhuma diferença que possa vir a alterar significativamente os resultados. Assim, a grande maioria dos trabalhos acaba por ser desenvolvido de maneira semelhante. No presente estudo foram confeccionados corpos de prova na forma de discos com 20mm de diâmetro e 1,5 de altura. (FIDEL et al., 1994, TORABINEJAD et al., 1995, CARVALHO-JR et al., 2003, FRIDLAND; ROSADO, 2003 e 2005, CHNG et al., 2005, ISLAM; CHNG; YAP, 2006, DANESH et al., 2006). No entanto, McMichen et al. (2003) utilizaram corpos de prova cilíndricos com 5mm de diâmetro e 3mm de altura. Quanto ao tamanho e forma do corpo de prova, é importante ressaltar que a solubilidade é uma propriedade diretamente relacionada à dissociação dos constituintes do material pela ação de contato com o líquido circundante, com conseqüente dissolução do mesmo. Deste modo, quanto maior a área de contato, maior será a possibilidade de dissolução acarretando em uma maior solubilidade. Contrapondo-se a este raciocínio, a quantificação desta solubilidade será realizada em função da diferença da massa do corpo de prova antes e após o período de imersão, independente do tamanho do espécime. Portanto, é importante ressaltar o cuidado quando da comparação de resultados de estudos que utilizaram corpos de prova de dimensões

diferentes. Vale ressaltar que as dimensões recomendadas pelos órgãos de standardização demandam um volume de material, que acaba muitas vezes, por dificultar, até mesmo, por razões econômicas, a realização desse tipo de teste. Outra variação encontrada nos relatos da literatura, diz respeito ao período de imersão. As normas, tanto da ADA quanto da ISO, determinam um período de imersão de sete dias, período utilizado no presente estudo; entretanto, diversos trabalhos procuram avaliar a solubilidade, também, em longo prazo, acabando por modificar o período de imersão determinado, utilizando períodos mais longos. (TORABINEJAD et al., 1995, MCMICHEN et al. 2003, FRIDLAND; ROSADO, 2005, DANESH et al., 2006). Independente do método utilizado e de possíveis alterações introduzidas quanto às dimensões dos corpos de prova ou ao período de imersão, esse método descrito apresenta uma deficiência ainda não contornada, qual seja; o fato de iniciar-se o teste apenas após a presa final dos materiais. Sabe-se que, principalmente materiais hidrofílicos podem ter algumas de suas características alteradas em função da umidade, imaginando-se que, durante uma cirurgia, os fluidos teciduais não esperam a presa do material para molhá-lo, acredita-se que os índices de solubilização que ocorrem clinicamente, diferem dos obtidos nas condições laboratoriais.

Para a avaliação da radiopacidade, a ISO preconiza a utilização de anéis com 10 mm de diâmetro e 1 mm de altura. A mesma metodologia foi utilizada por Torabinejad et al.(1995) e Shah et al. (1996) para avaliação de cimentos retrobturadores. No presente trabalho foram utilizados anéis com 10 mm de diâmetro e 2 mm de altura, de acordo com a norma número 57 da ADA, que se propõe a avaliar materiais obturadores de canais radiculares, McComb e Smith (1976), Almeida, Antonio e Moura (1998). Moraes (1984) também utilizou essa metodologia para avaliação de materiais obturadores com resina epóxica na composição. Como se pode observar, as metodologias variam quanto à forma de acondicionamento dos materiais. Orfaly, Lilley e Molokhia (1987) compararam a radiopacidade utilizando anéis com espessuras diferentes, encontrando diferenças significantes nos valores da radiopacidade de um mesmo material.

O aparelho de raios-X empregado para a realização do teste de radiopacidade é outra variável a ser discutida. A norma da ISO e da ADA preconizam que o aparelho de raios-X utilizado deve possuir 60 kV ou 70 kV, com 10 miliamperes e uma distância foco-filme de 40 cm. Moraes (1984) testou a radiopacidade de cimentos epóxicos com diferentes quilovoltagens (50, 60 e 90 kV) e verificou que os valores de radiopacidade dos materiais não foram estatisticamente diferentes, considerando-se cada quilovoltagem. No presente trabalho, foi utilizado um aparelho de 60 kV com 10 miliamperes e uma distância foco-filme de 30 cm.

Outra variável gira em torno do filme a ser utilizado, que pode ser do grupo D ou E, apesar dos filmes do grupo D possuírem grânulos menores, conseqüentemente mais próximos um dos outros, oferecendo melhor qualidade de imagem, não diferem em relação aos valores de radiopacidade, quando comparados aos do grupo E. (KATZ et al., 1990).

No presente trabalho, foi utilizado para avaliação dos resultados, o programa Digora 1.51, após o processamento dos filmes e digitalização das imagens, de acordo com Petry et al. (1997) diferentemente de Tanomaru-Filho (2008) que utilizou o programa VIXWIN 2000. Na determinação da radiopacidade pelo sistema digital, ocorre a quantificação das tonalidades de cinza, variando do preto ao branco, em um total de 256 tons de cinza. Com isso se determina a densidade radiográfica, sendo que quanto maior o valor registrado pelo aparelho mais radiopaco será o material, sendo o inverso do que ocorre quando se analisa as medidas oferecidas pelo fotodensitômetro, em densidade ótica. Pelo sistema digital se denomina de densidade radiográfica. (COCLETI, 1999).

Manson-Hing (1961) verificou que a radiopacidade do alumínio se assemelhava a da dentina e outros autores (ELIASSON; HAASKEN, 1979) propuseram que os valores obtidos em densidade óticas fossem convertidos em mm de alumínio, colocando uma escala de alumínio, denominada de penetrômetro, juntamente com os corpos de prova, sobre o filme radiográfico no momento da exposição dos raios-X. Em dias atuais, tanto a ISO como a ADA estipulam os valores mínimos de radiopacidade de um material em mm de alumínio.

6.2 DOS RESULTADOS

Dos materiais utilizados neste experimento, alguns já são fabricados comercialmente, estando disponíveis aos profissionais, outros encontram-se em fase de desenvolvimento (experimentais), e por último, a utilização do próprio Clínquer do cimento Portland associado ao radiopacificador e de sulfato de cálcio, visando a possibilidade de sua utilização em substituição ao próprio MTA. Algumas considerações aqui devem ser feitas, como em relação a quantidade de radiopacificador e sulfato de cálcio adicionado ao clínquer. Essa quantidade foi acrescentada ao clínquer com a finalidade de reproduzir a composição do ProRoot MTA (Dentsply – Tulsa), material inicialmente desenvolvido e testado desde 1993. (TORABINEJAD et al., 1995, ESTRELA et al., 2000). Outra consideração é a ausência de trabalhos que avaliam as propriedades físico-químicas do MTA fotopolimerizável, pois, na literatura somente foram encontrados trabalhos que avaliaram suas propriedades biológicas. (GOMES-FILHO et al., 2008, COSTA, 2008). O MTA Bio (experimental) foi adicionado à presente pesquisa, pois, segundo o fabricante, o produto apresenta um grau de pureza superior, uma vez que a matéria prima utilizada não é o cimento Portland, utilizado normalmente na formulação dos MTA, até então fabricados. O objetivo da presente mudança foi de evitar ao máximo a presença de arsênico, encontrado no ProRoot MTA e MTA Angelus (BRAMANTE et al., 2008) e chumbo no material. Também houve alteração nas condições de manipulação, propriedade essa que não alcançava satisfação de quem o utilizava. Alguns trabalhos foram realizados comparando-o ao MTA Angelus e ao cimento Portland, em relação a algumas de suas propriedades físico-químicas (DE-DEUS et al., 2007, DE-DEUS et al., 2008), e biológicas (LESSA et al., 2006). Porém, em relação aos testes que foram realizados na presente pesquisa, não havia relatos na literatura.

Em relação ao Sealepox RP, trata-se de uma nova formulação de um cimento epóxico com hidróxido de cálcio com as mesmas indicações do MTA , e tem como seu antecessor o cimento MBPc, sobre o qual constam alguns trabalhos, na literatura. Este cimento é a consequência de uma linha de pesquisa iniciada em 1984, na disciplina de Endodontia, da FOB-USP, pelos

professores Alceu Berbert e Ivaldo Gomes de Moraes, sendo este último o idealizador desse novo cimento. Esta é a primeira pesquisa que avalia algumas propriedades físico-químicas, desse material, especificamente.

Quanto ao pH (potencial hidrogeniônico), ou seja, a capacidade de um material liberar íons hidroxila, pode-se verificar que todos os materiais apresentaram capacidade alcalinizadora. Torabinejad et al. (1995) encontraram valores de pH para o ProRoot MTA cinza, às 3 horas, da ordem de 12,5, porém, esses valores foram encontrados após a imersão direta do cimento na solução, fato que, como comentado no tópico anterior, pode alterar sobremaneira os valores e não representa as condições clínicas às quais os materiais são expostos. Outros autores como Deal et al. (2002), Chng et al. (2005) e Islam, Chng e Yap (2006) também encontraram valores de pH bem mais elevados do que os encontrados neste estudo, contudo, esses autores determinaram o pH por meio de micro-eletrodos no interior da massa do cimento durante seu endurecimento. Os resultados encontrados neste estudo corroboram com os encontrados por Duarte et al. (2004) e por Santos et al. (2005). Vasconcelos (2006) utilizando metodologia semelhante, obtiveram picos de pH próximos a 9,5, sempre encontrados até as primeiras 24 horas de imersão, inclusive com o cimento MBPc.

Duarte et al. (2004) compararam, sob as mesmas condições e nos mesmos períodos avaliados neste experimento, os cimentos ProRoot MTA cinza e MTA-Angelus cinza, encontrando, em todas as avaliações, valores de pH do segundo material sempre superiores aos do primeiro, fato também observado no presente estudo. Santos et al. (2005) compararam, desta feita, os cimentos MTA-Angelus cinza e um MTA-experimental, encontrando semelhança estatística entre os dois materiais em todos os períodos, resultado que também foi encontrado neste estudo, excetuando-se o período de 72 horas de imersão onde o MTA-experimental apresentou valores, consideravelmente, mais baixos que o MTA-Angelus cinza.

Para melhor compreensão do desempenho dos materiais em longo prazo, é importante lembrar que, após cada período experimental, os corpos de prova eram imersos em novas soluções, deste modo, procurou-se determinar, aproximadamente, o momento em que os cimentos reduziram a liberação de

íons hidroxila. Conseqüentemente, reduziram a intensidade de elevação do pH, ressaltando que o líquido onde estiveram imersos os espécimes possuía inicialmente pH 6,5. Outro ponto importante a ser salientado é que a cada avaliação, o tempo que os espécimes permaneceram imersos foi aproximadamente o dobro do anterior.

Os resultados encontrados apontam claramente a redução do potencial alcalinizador dos cimentos com o passar do tempo, ocorrendo para a maioria dos cimentos entre os períodos de 24 e 72 horas, lembrando-se que, na avaliação de 3 horas os espécimes haviam sido imersos imediatamente após a manipulação, fato que acaba por facilitar a dissolução de suas partículas superficiais, por ainda não haverem endurecido, acarretando em uma maior ionização dos seus constituintes. Tal fato não foi observado com o MTA fotopolimerizável, já que o aumento do pH do mesmo ocorreu a partir de 24 horas, provavelmente porque já estava polimerizado, quando da primeira imersão. Daí o pH só ter aumentado após a ação da água deionizada sobre a superfície do cimento. Portanto, o pH está diretamente relacionado a outra propriedade físico-química, que é a solubilidade. Na presente pesquisa, o MTA fotopolimerizável teve seu pH aumentado só após o período de 3 horas de imersão e depois se estabilizou, já o MTA Bio, apresentou os maiores valores de pH no período de 168 horas, demonstrando valores crescentes após o período de 24 horas. Retornando a relação com a solubilidade, este foi o cimento que apresentou os maiores valores de solubilidade.

Quanto aos resultados da capacidade de liberação de íons cálcio, o presente estudo apontou uma redução gradual em função do tempo de imersão, fato também encontrado por Duarte et al. (2003) e por Santos et al. (2005) e Vasconcelos (2006). Quando se comparam os cimentos à base de agregado trióxido mineral, nota-se uma liberação, com maior intensidade, para os cimentos de coloração cinza, fato que vem corroborar com os resultados apontados por Bozeman, Lemon e Eleazer (2006), que obtiveram uma maior liberação de cálcio para o ProRoot MTA cinza quando comparado ao ProRoot MTA branco.

Duarte et al. (2003) comparando a liberação de íons cálcio por parte dos cimentos ProRoot MTA cinza e MTA-Angelus cinza, encontraram uma

maior liberação para o segundo, fato esse observado no presente trabalho, onde os MTAs Angelus branco e o Bio, sendo que o último apresentou a maior liberação nos períodos de 24, 72 e 168 horas, sendo somente no período de 3 horas que o clínquer associado ao radiopacificador e ao sulfato de cálcio apresentou maior liberação. Um ponto importante a ser ressaltado é a pequena diferença existente entre as duas metodologias empregadas. No presente estudo, foram feitas diluições com EDTA e a estequiometria da chama utilizada foi redutora, assim como Duarte et al. (2003), efetuaram diluições com EDTA, e utilizaram chamas redutoras, diferentemente de Vasconcelos (2006), que realizou diluições em lantânio e estequiometria de chama levemente redutora.

Considerando o cimento Sealepox RP, sendo esta a única pesquisa sobre o mesmo quanto a esta propriedade, percebe-se que a liberação de íons cálcio foi pequena, quando comparadas aos MTAs. No entanto, Vasconcelos (2006), encontrou liberação de íons cálcio pelo cimento MBPc compatíveis com os MTAs analisados.

Outra propriedade físico-química avaliada foi o tempo de presa. Foram encontrados na literatura relatos da realização deste tipo de teste apenas para o ProRoot MTA cinza. Vasconcelos (2006) avaliou o tempo de presa de diversos cimentos retrobturadores, dentre eles o MTA Angelus e o MBPc, antecessor do Sealepox RP, encontrando 5 e 20 minutos para os tempo de presa inicial e final, para o MTA Angelus e 121 e 224 para o MBPc, respectivamente. No presente trabalho, foram encontrados os tempos de 9,33 e 23,33 inicial e final, respectivamente, para o MTA Angelus e de 110 e 170,33 para o Sealepox RP, sendo considerados próximos aos encontrados por Vasconcelos (2006). O MTA fotopolimerizável, por suas características próprias não foi submetido a esse teste, já que sua presa é conseguida imediatamente após a fotopolimerização.

Em relação à solubilidade, os MTAs da marca Angelus (MTA branco e Bio) apresentaram os maiores índices de solubilidade, juntamente com o clínquer do cimento Portland associado ao radiopacificador e sulfato de cálcio, com valores acima dos 2, 40%. Os cimentos experimentais Sealepox RP e MTA fotopolimerizável apresentaram os menores valores de solubilidade, sendo 0,58% e 0,10%, respectivamente. Os resultados do presente trabalho

corroboram com os resultados de Bodanezi et al. (2008) que avaliaram vários períodos, porém em 168 horas, os MTAs apresentaram solubilidade maior que o cimento Portland. É importante ressaltar que as normas que estandardizam os testes de solubilidade indicam a imersão dos materiais só após a presa total dos mesmos, fato que não ocorre nas condições clínicas. Deste modo, deve-se imaginar que, clinicamente, esses valores poderão ser mais elevados. Fridland e Rosado (2003) apontaram, ainda, o risco de falsos resultados quando da avaliação de cimentos à base de agregado trióxido mineral, por conta da dificuldade de remoção da umidade do material. Por se tratar de materiais que tomam presa em contato com a umidade, a remoção da mesma, durante os ensaios laboratoriais, se torna extremamente dificultada, o que poderia vir a mascarar possíveis índices de solubilidade relativamente maiores.

Em relação ao cimento experimental Sealepox RP, os valores de solubilidade encontram-se dentro das normas da ISO 6876 de 2001, a qual preconiza valores abaixo de 1%. Vasconcelos (2006), encontrou 1,07% de solubilidade para o cimento MBPc, antecessor do Sealepox RP. Esse valor baixo de solubilidade, possivelmente explicaria os ótimos resultados desse material em relação à infiltração marginal em obturações retrógradas. (MEDEIROS, 2009).

Já o cimento MTA fotopolimerizável, apresentou baixos índices de solubilidade, com valor de 0,10%, provavelmente por suas características próprias. Esse baixo índice de solubilidade, talvez possa explicar os resultados de pH e liberação de íons cálcio, considerados baixos em relação aos outros materiais.

A radiopacidade foi outra propriedade estrudada. Todos os materiais apresentaram radiopacidade acima da dentina. O MTA Angelus branco foi o cimento que apresentou maior radiopacidade, com o valor de 6,45 mm de alumínio. (TORABINEJAD et al., 1995, DANESH et al., 2006, ISLAM; CHNG; YAP, 2006, TANOMARU-FILHO et al., 2008). O cimento experimental Sealepox RP apresentou resultados bastante satisfatórios também, com valor de 5,40 mm de Alumínio. O MTA Bio e o Clínquer associado ao radiopacificador e ao sulfato de cálcio apresentaram resultados intermediários, sendo 3,93 e 4,48, respectivamente. Consideração deve ser feita em relação

ao MTA fotopolimerizável experimental, que apresentou valores bem próximos ao da dentina, o que poderia dificultar sua visualização na radiografia, devendo também ressaltar que não há trabalhos sobre essa propriedade na literatura, para realizar comparações.

Todos os materiais tipo MTA utilizados no presente estudo, com exceção do MTA fotopolimerizável, contém 20% de radiopacificador em sua composição. O que explicaria os diferentes valores de radiopacidade? No presente trabalho foi associado ao clínquer 20% de óxido de bismuto, em peso. Porém, será que no MTA Angelus branco, o óxido de bismuto foi utilizado em peso ou em volume? E em relação ao MTA Bio, por seus constituintes serem agregados separadamente, fica a mesma pergunta.

Considerações Finais

Como já foi mencionado, os resultados obtidos em uma pesquisa laboratorial (*in vitro*), não podem ser, jamais, extrapolados diretamente para a clínica, já que em um organismo vivo, onde a atuação de células, líquidos tissulares e muitos outros fatores, o comportamento dos materiais pode ser muito diferente daquele obtido no laboratório.

Todavia, tais resultados permitem, de certa maneira, conhecendo a fisiologia do próprio organismo e as propriedades dos materiais, suspeitar que um determinado material possa ter uma ação benéfica ou, pelo menos, melhor do que outros, cujas propriedades não se enquadram dentre as melhores.

Nesta pesquisa, onde várias propriedades físico-químicas de alguns cimentos foram avaliadas, os resultados permitem que algumas observações possam ser realizadas com base no conjunto das propriedades estudadas.

A radiopacidade, em si, é uma propriedade sobre a qual existem algumas controvérsias entre os autores, principalmente quando se leva em consideração os cimentos obturadores de canais radiculares. É ela que permite observar na radiografia a qualidade da obturação, o seu nível, etc. Todavia,

existem sempre os senões em razão da sobreposição de imagens e outros fatores. No caso de um material retrobturador a função desta propriedade seria, apenas, demonstrar se a cavidade cirúrgica foi corretamente preenchida e, talvez, em um controle futuro, possibilitar a checagem de que o material se mantém, ou não, na cavidade.

Entretanto, para que um material, principalmente em pequenas proporções, possa ser visualizado radiograficamente, o mesmo deve possuir em sua composição, pelo menos, um componente que lhe ofereça essa boa radiopacidade. Geralmente, esta é oferecida por substâncias de alto peso molecular. Dentre essas substâncias, o bismuto é o mais utilizado; tanto em cimentos obturadores de canais, como, e, principalmente nos MTAs, na forma de óxido. Não há dúvidas de que sua capacidade radiopacificadora é muito grande.

Na literatura existem trabalhos que demonstram que o óxido de bismuto pode agir como irritante de tecidos, dependendo da proporção que é utilizado no cimento. Quando se consideram os MTAs, percebe-se que a porcentagem de 20% de óxido de bismuto não causou nenhum malefício às excelentes propriedades biológicas do cimento, todavia, há trabalhos que mostraram um enfraquecimento na resistência do MTA, quando foi utilizado o óxido de bismuto. Assim, pode-se afirmar que o acréscimo de certas substâncias a um material pode provocar modificações na estrutura do mesmo, e, dependendo da porcentagem acrescida, até transformar suas propriedades físicas ou biológicas.

As outras propriedades avaliadas neste trabalho foram: pH, liberação de íons cálcio, solubilidade e tempo de presa.

De início, a um exame rápido, poder-se-ia afirmar que nem todas estão correlacionadas ou, até se perguntar, o que o tempo de presa tem a ver com as demais?

Infelizmente, ainda não foi apresentada uma metodologia para o teste de solubilidade que permita iniciar-se o teste antes do endurecimento do material. Daí, pelas orientações há que se aguardar um período equivalente a três vezes o tempo de presa para que se inicie o teste.

Alguns questionamentos têm surgido atrelando uma propriedade à outra, como por exemplo: um material que tem um tempo de presa mais demorado seria mais solúvel, ou sofreria maior ação dos fluidos tissulares do organismo, enquanto não endurecido?

Seguindo esse raciocínio, surgem outras observações que merecem ser mencionadas. Por exemplo: um cimento com tempo de presa extremamente curto e, praticamente insolúvel; qual seria seu comportamento? Se na fórmula desse cimento não existir alguma substância que necessite ser liberada para exercer seu efeito benéfico, talvez, não haja inconveniente algum com esse cimento. Todavia, se na formulação do mesmo existe uma substância que necessita ser liberada para que as propriedades biológicas do cimento se manifestem, esse material necessita de um tempo de presa mais prolongado ou de uma pequena solubilidade, ou, mesmo, das duas.

O pH e a liberação de íons cálcio são duas propriedades importantes relacionadas ao poder de indução de tecido mineralizado de um cimento. Não há dúvidas de que tais propriedades estão diretamente relacionadas com o tempo de presa e a solubilidade dos materiais.

Nesta pesquisa, o cimento que apresentou o menor tempo de presa (imediata), a menor solubilidade, o menor pH em todos os períodos e a menor liberação de íons cálcio (em 3 horas) foi o MTA fotopolimerizável. Já o Sealepox RP proporcionou o maior tempo de presa inicial e, juntamente, com o Clínquer o maior tempo de presa final, praticamente 3 horas; período onde foi observado seu maior pH e a maior liberação de íons cálcio. Sua solubilidade foi menor do que a dos MTAs, demonstrando que a liberação de íons cálcio e pH estão positivamente relacionadas com ela, em parte, com o seu tempo de presa mais prolongado.

Por outro lado, quando se faz uma análise dos MTAs (Angelus branco e Bio) e do Clínquer, percebe-se que os níveis de pH permaneceram altos, inclusive, no caso específico do MTA Bio, houve um aumento no período de 168 horas, verificando-se o mesmo comportamento, até mais visível, quando se considera a liberação de íons cálcio.

Embora o Clínquer tenha proporcionado um tempo de presa final bastante alto para um material de suas características, seu tempo de presa inicial foi pequeno. Já os MTAs (Angelus branco e Bio) tiveram os dois tempos de presa, inicial e final, considerados baixos.

A solubilidade proporcionada por esses três materiais foi considerada alta, principalmente os MTAs (Angelus branco e Bio), com relevância para o MTA Bio. Principalmente, em relação ao último, que apresentou tempos de presa curtos, porém, aumentos de pH e de liberação de íons cálcio no decorrer dos períodos, tal fato, provavelmente, deve estar relacionado com a solubilidade. Daí surge um questionamento: no organismo, pela ação das células, fluido tissular, etc; qual será o comportamento desse cimento; apresentando bom tempo de presa, alto pH e excelente liberação de íons cálcio, porém, uma alta solubilidade; terá condições de manter o selamento adequado da cavidade que está obturando e proporcionar os benefícios que se espera de um cimento com as suas características?

Fica um alerta para aqueles pesquisadores que se satisfazem com uma ou duas propriedades de um material. A liberação de íons cálcio é importantíssima, mas o pH, até quando deve ser em um nível tão alto? E a solubilidade? Obrigatoriamente ela deve estar presente para que um material libere cálcio ou proporcione um aumento de pH. Ao término do selamento de uma cavidade retrógrada, por exemplo; é importante que o material tome presa imediatamente? Ou, dependendo de suas características, esse material não seria capaz de manter o selamento, não se deixando contaminar e, nem a própria cavidade, mesmo antes de endurecer definitivamente?

São alguns questionamentos que merecem ser respondidos.

7 Conclusões

7 CONCLUSÕES

Com base na metodologia empregada e, considerando-se os resultados obtidos e a discussão pertinente, pode-se concluir que:

1) Em relação ao pH:

- No período experimental de 3 e 24 horas, os maiores valores de pH foram alcançados pelo clínquer associado ao radiopacificador e ao sulfato de cálcio. Nos períodos de 72 e 168 horas, os maiores valores de pH foram alcançados pelo MTA Bio;

2) Em relação à liberação de íons cálcio:

- No período de 3 horas o clínquer associado ao radiopacificador e ao sulfato de cálcio apresentou o maior valor. No de 24 horas o MTA Bio e o Clínquer foram superiores; nos demais períodos, o MTA Bio apresentou os maiores valores;

3) Em relação ao tempo de presa:

- O MTA Angelus apresentou o menor tempo de presa inicial, juntamente com o MTA Bio, seguidos do Clínquer associado ao radiopacificador e ao sulfato de cálcio;
- O maior tempo foi do Sealepox RP;
- O clínquer associado ao radiopacificador e ao sulfato de cálcio foi o material que apresentou o maior tempo de presa final, seguido do Sealepox RP e, por último, MTA Angelus e Bio, ambos, com os mesmos tempos;

4) Em relação à solubilidade:

- Os menores valores foram encontrados no cimento MTA fotopolimerizável, seguido pelo Sealepox RP.

- Os cimentos MTA Angelus e MTA Bio apresentaram os maiores valores, seguidos pelo clínquer associado ao radiopacificador e ao sulfato de cálcio.

5) Em relação à radiopacidade:

- Todos os cimentos avaliados apresentaram radiopacidade maior que a da dentina;
- O cimento que apresentou os maiores valores de radiopacidade foi o MTA Angelus branco, seguido pelo Sealepox RP;
- O cimento MTA fotopolimerizável foi o que apresentou menores valores dentre os cimentos avaliados.

Referências

REFERÊNCIAS

ACCORINTE, M. L. et al. Evaluation of two mineral trioxide aggregate compounds as pulp-capping agents in human teeth. **Int Endod J**, Oxford, v. 49, n. 2, p. 122-128, Feb. 2009.

ALMEIDA, P. M.; ANTONIO, M. P. da S.; MOURA, A. A. M. de. Estudo comparativo da radiopacidade de quatro cimentos obturadores de canais radiculares. **Rev Inst Ciênc Saúde**, São Paulo, v. 16, n. 1, p. 27-30, Jan./June 1998.

AMERICAN DENTAL ASSOCIATION. **Council on Dental Materials**. Specification #57 for Endodontic Filling Materials. Chicago, p. 147-169, 1984.

ANTHONY, D. R.; GORDON, T. M.; DEL-RIO, C. E. The effect of three vehicles on the pH of calcium hydroxide. **Oral Surg Oral Med Oral Pathol**, Saint Louis, v. 54, n. 5, p. 560-565, Nov. 1982.

BELTES, P. G. et al. In vitro release of hydroxyl ions from six types of calcium hydroxide nonsetting pastes. **J Endod**, Chicago, v. 23, n. 7, p. 413-415, July 1997.

BER, B. S.; HATTON, J. F.; STEWART, G. P. Chemical modification on ProRoot MTA to improve handling characteristics and decrease setting time. **J Endod**, Chicago, v. 33, n. 10, p. 1231-1234, Oct. 2007.

BERNABÉ, P. F. E.; HOLLAND, R. Cirurgia paraendodôntica: como praticá-la com embasamento científico. In: ESTRELA, C. **Ciência endodôntica**. São Paulo: Artes Médicas, 2004. cap.16, p. 657-797.

BODANEZI, A. et al. Immediate and delayed solubility of mineral trioxide aggregate and Portland cement. **J Appl Oral Sci**, Bauru, v. 16, n. 2, p. 127-131, Apr. 2008.

BONSON, S.; JEANSONNE, B. G.; LALLIER, T. E. Root-end filling materials alte fibroblast differentiation. **J Dent Res**, São Paulo, v. 83, n. 5, p. 408-413, May 2004.

BORTOLUZZI, E. A. et al. Sealing ability of MTA and radiopaque Portland cement with or without calcium chloride for root-end filling. **J Endod**, Chicago, v. 32, n. 9, p. 897-900, June 2006.

BOZEMAN, T. B.; LEMON, R. R.; ELEAZER, P. D. Elemental analysis of crystal precipitate from gray and white MTA. **J Endod**, Chicago, v. 32, n. 5, p. 425-428, May 2006.

BRAMANTE, C.; BERBERT, A. **Cirurgia paraendodôntica**. 2. ed. Ed. Santos: São Paulo, 2003.

BRAMANTE, C.M. et al. Presence of arsenic in different types of MTA and White and Gray Portland cement. **Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod**, Saint Louis, v. 106, n. 6, p. 909-913 Dec. 2008.

BRANDÃO, C. **Propriedades físico-químicas dos cimentos endodônticos resinosos Sealer 26, e dos experimentais, Sealer Plus e MPB, comparadas às do óxido de zinco e eugenol**. 1999. 150 p. Dissertação (Mestrado em Odontologia) – Faculdade de Odontologia de Bauru, Universidade de São Paulo, Bauru, 1999.

BUENO, C. E. et al. Study of the bismuth oxide concentration requerid to provide Portland cement with adequate radiopacity for endodontic use. **Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod**, Saint Louis, v. 107, n. 1, p. e65-e69, Jan. 2009.

CAMILLERI, J. et al. The constitution of mineral trioxide aggregate. **Dent Mater**, Copenhagen, v. 21, n. 4, p. 297-303, Apr. 2005.

CAMILLERI, J. Hidration mechanisms of mineral trioxide aggregate. **Int Endod J**, Oxford, v. 40, n. 6, p. 462-470, Apr. 2007.

CAMILLERI, J. Characterization of hydration products of mineral trioxide aggregate. **Int Endod J**, Oxford, v. 41, n. 5, p. 408-417, May 2008.

CARVALHO-JUNIOR, J. R. et al. Evaluation of solubility, disintegration, and dimensional alterations of a glass ionomer root canal sealer. **Braz Dent J**, Ribeirão Preto, v. 14, n. 2, p. 114-118, 2003.

CINTRA, L. T. et al. Evaluation of the tissue response to MTA and MBPc: Microscopic analysis of implants in alveolar bone of rats. **J Endod**, Chicago, v. 32, n. 6, p. 556-559, June 2006.

CHNG, H. K. et al. Properties of a new root-end filling material. **J Endod**, Chicago, v. 31, n. 9, p. 665-668, Sept. 2005.

COCLETI, G. **Avaliação da solução Kodac RPX-amat utilizada na processadora T4, da Dupont, quanto às densidades ótica e radiográfica, analisadas pelo fotodensitômetro MRA e pelo sistema digital Digora**. 1999. 88p. Tese (Doutorado em Odontologia) – Faculdade de Odontologia de Bauru, Universidade de São Paulo, Bauru, 1999.

COSTA, M. M. T. M. **Avaliação da resposta tecidual frente aos cimentos MTA Ângelus cinza e MTA fotopolimerizável experimental: Análise histológica de implantes realizados em alvéolos de ratos**. 2008. 107f. Tese (Doutorado em Odontologia) – Faculdade de Odontologia de Araçatuba, Universidade Estadual Paulista, Araçatuba, 2007.

COSTA, M. M. T. M. **Avaliação do processo de reparo frente aos cimentos MTA Ângelus cinza e MTA fotopolimerizável experimental em alvéolo de ratos utilizando fluorocromos**. 2008. 107f. Tese (Doutorado em Odontologia) – Faculdade de Odontologia, Universidade Estadual Paulista, Araçatuba, 2008.

COUTINHO-FILHO, T. et al. Radiopacity and histological assessment of Portland cement plus bismuth oxide. **Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod**, Saint Louis, v. 106, n. 6, p. e69-e77, Dec. 2008.

DAMMASCHKE, T. et al. Chemical and physical surface and bulk material characterization of white ProRoot MTA and two Portland cements. **Dent Mater**, Copenhagen, v. 21, n. 8, p. 731-738, Aug. 2005.

DANESH, G. et al. A comparative study of selected properties of ProRoot mineral trioxide aggregate and two Portland cements. **Int Endod J**, Oxford, v. 39, n. 3, p. 213-219, Mar. 2006.

DEAL, B. F. et al. Chemical and physical properties of MTA, Portland cement, and a new experimental material, Fast-Set MTA. **J Endod**, Chicago, v. 28, n. 3, p. 252, Mar 2002./Abstract n.70/

DE-DEUS, G. et al. The ability of Portland cement, MTA, and MTA Bio to prevent through-and-through fluid movement in repaired furcal perforations. **J Endod**, Chicago, v. 33, n. 11, p. 1374-1377, Nov. 2007.

DE-DEUS, G. et al. Similar expression of trough-and-trought fluid movement along orthograde apical plugs of MTA Bio and White Portland cement. **Int Endod J**, Oxford, v. 41, n. 12, p. 1047-1053, Dec. 2008.

DUARTE, M. A. H. **Avaliação in vitro do poder anti-séptico e pH de cimentos e pastas empregados na prática endodôntica**. 1996. 134 p. Dissertação (Mestrado em Odontologia) – Faculdade de Odontologia de Bauru, Universidade de São Paulo, Bauru, 1996.

DUARTE, M. A. H. **Avaliação de algumas propriedades físico-químicas do cimento AH Plus puro e acrescido de hidróxido de cálcio**. 1999. 157 p. Tese (Doutorado em Odontologia) – Faculdade de Odontologia de Bauru, Universidade de São Paulo, Bauru, 1999.

DUARTE, M.A. Evaluation of pH and calcium ion release of three root canal sealers. **J Endod**, Chicago, v. 26, n. 7, p. 389-390, July 2000.

DUARTE, M.A.H. et al. pH and calcium release of 2 root-end-filling materials. **Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod**, Saint Louis, v. 95, n. 3, p. 345-347, Mar. 2003.

DUARTE, M. A.; DEMARCHI, A. C. C. O.; MORAES, I. G. Determination of pH and calcium ion release provided by pure and calcium hydroxide-containing AHPlus. **Int Endod J**, Oxford, v. 37, n. 1, p. 42-45, Jan. 2004.

DUARTE, M. A.H. et al. Arsenic release provided by MTA and Portland cement. **Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod**, Saint Louis, v. 99, n. 5, p. 648-650, May 2005.

ELIASSON, S. T.; HAASKEN, B. Radiopacity of impression materials. **Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod**, Saint Louis, v. 47; n. 5; p. 485-491; May 1979.

ESTRELA, C. et al. Estudo do efeito biológico do pH na atividade enzimática de bactérias anaeróbias. **Rev Fac Odontol Bauru**, Bauru, v. 4, n. 2, p. 31-38; dez. 1994.

ESTRELA, C.; PESCE, H.F. Chemical analysis of the liberation of calcium and hydroxyl ions from calcium hydroxide pastes in connective tissue in the dog--Part I. **Braz Dent J**, Ribeirão Preto, v. 7, n. 1, p. 41-46, 1994.

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

ESTRELA, C. **Metodologia científica**. 2. ed. Artes Médicas: São Paulo, 2005.

FERREIRA, M. B. et al. Análise de espectrometria de fluorescência de raios-x e difratometria de raios-x dos cimentos MTA, CPM e CPM Sealer. **Braz Oral Res**, São Paulo, v. 19, p. 165, Supplement (Proceedings of the 22^a Annual SBPqO Meeting) 2005. Resumo Pb 065. Apresentado na 22^a Reunião Anual da SBPqO, Águas de Lindóia, set. 2005.

FEREIRA, F.B.A. Evaluation of pH levels and calcium ion release in various calcium hydroxide endodontic dressings. **Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod**, Saint Louis, v. 97, n. 3, p. 388-392, Mar. 2004.

FIDEL, R. **Estudo das propriedades físico-químicas de alguns cimentos obturadores dos canais radiculares contendo hidróxido de cálcio**. 1993. 169 p. Tese (Doutorado em Odontologia). Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto, Universidade de São Paulo, Ribeirão Preto, 1993.

FIDEL, R. et al. Estudo in vitro sobre a solubilidade e a desintegração de alguns cimentos endodônticos que contêm hidróxido de cálcio. **Rev Odontol Univ São Paulo**, São Paulo, v. 8, n. 3, p. 217-220, jul./set. 1994.

FIDEL, R. et al. Tempo de endurecimento de alguns cimentos endodônticos que contêm hidróxido de cálcio. **ROBRAC**, Goiânia, v. 16, n. 5, p. 15-17, dez. 1995.

FRIDLAND, M.; ROSADO, R. Mineral trioxide aggregate (MTA) solubility and porosity with different water-to-powder ratios. **J Endod**, Chicago, v. 29, n. 12, p. 814-817, Dec. 2003.

FUNTEAS, U. R.; WALLACE, J. A.; FOCHTMAN, F. W. A comparative analysis of mineral trioxide aggregate and Portland cement. **J Endod**, Chicago, v. 28; n. 3; p. 259; Mar. 2002./Abstract n. 21/

GARTNER, A. H.; DORN, S.O. Advances in endodontic surgery. **Dent Clin North Am**, Philadelphia, v. 36, n. 2, p. 357-378, Apr. 1992.

GOMES-FILHO, J. E. et al. Mineral trioxide aggregate but not light-cure mineral trioxide aggregate stimulated mineralization. **J Endod**, Chicago, v. 34, n. 1, p. 62-65, Jan 2008.

GORDON, T. M.; ALEXANDER, J. B. Influence on pH level of two calcium hydroxide root canal sealers in vitro. **Oral Surg Oral Med Oral Pathol**, Saint Louis, v. 61, n. 6, p. 624-628, June 1986.

GROSSMAN, L. I. Physical properties of root canal cements. **J Endod**, Chicago, v.2, n. 6; p. 166-75; Jun 1976.

GROSSMAN, L. I. Solubility of root canal cements. **J Dent Res**, v. 57, n. 9-10, p. 927, Sept./Oct. 1978.

GUARIENTI, D.; OSINAGA, P. W. R.; FIGUEIREDO, J. A. P. Avaliação química e estrutural comparativa entre o cimento Portland e MTA. **Braz Oral Res**, São Paulo, v. 16, p. 190, Supplement (Proceedings of the 19^a Annual SBPqO Meeting) 2002. Resumo Pb 167. Apresentado na 19^a Reunião Anual da SBPqO, Águas de Lindóia, set. 2002.

GUO, M. K.; MESSER, H. H. Properties of Ca²⁺-, Mg²⁺-activated adenosine triphosphatase from rat incisor pulp. **Arch Oral Biol**, Oxford, v. 21, n. 11, p. 637-640, 1976.

HEITHERSAY, G. Calcium hydroxide in the treatment of pulpless teeth with associated pathology. **J Br Endod Soc**, London, v. 8, n. 2, p. 74-93; July 1975.

HOLLAND, R. et al. Histochemical analysis of the dogs' dental pulp after pulp capping with calcium, barium, and strontium hydroxides. **J Endod**, Chicago, v. 10, n. 8, p. 444-447, Oct. 1982.

HOLLAND, R. et al. Reaction of rat connective tissue to implanted dentin tubes filled with mineral trioxide aggregate or calcium hydroxide. **J Endod**, Chicago, v. 25, n. 3, p. 161-166, Mar. 1999.

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

HOLLAND, R. et al. Healing process of dog dental pulp after pulpotomy and pulp covering with mineral trioxide aggregate or Portland cement. **Braz Dent J**, Ribeirão Preto, v. 12, n. 2, p. 109-113, 2001b.

HOLLAND, R. et al. Agregado de trióxido mineral y cement Portland en la obturación de conductos radiculares de perro. **Endodoncia**, México, v. 19, n. 4, p. 275-280, oct./dic. 2001c.

HOLLAND, R. et al. Calcium salts in rat connective tissue after the implantation of calcium hydroxide-containing sealers. **J Endod**, Chicago, v. 28, n. 3, p. 173-176, Mar. 2002.

HOLLAND, R. M.; SATOMI, S.; SALIBA, O. Efeito a curto e médio prazos dos resíduos de hidróxido de cálcio na qualidade do selamento marginal após a obturação de canal. **Rev Paul Odontol**, São Paulo, v. 17, n. 2, p. 12-16; Mar./Abr. 1995.

HUANG, T. H.; KAO, C. T. pH measurement of root canal sealers. **J Endod**, Chicago, v. 24, n. 4, p. 236-238, Apr. 1998.

INTERNATIONAL STANDARDS ORGANIZATION. **Dental root canal sealing materials**. Geneve, 1986.

ISLAM, I.; CHNG, H. K.; YAP, A. U. Comparison of the physical and mechanical properties of MTA and Portland cement. **J Endod**, Chicago, v. 32, n. 3, p. 193-197 Mar. 2006a.

ISLAM, I.; CHNG, H. K.; YAP, A. U. X-ray difracion analysis of mineral trioxide aggregate and Portland cement. **Int Endod J**, Oxford, v. 39, n. 3, p. 220-225, Mar. 2006b.

JACOBOVITZ, M.; DE LIMA, R. K. Treatment of inflammatory internal resorption with mineral trioxide aggregate: a case report. **Int Endod J**, Oxford, v. 41, n. 10, p. 905-912, Oct. 2008.

KATZ, A. et al. Densitometric measurement of radiopacity of guta-percha cones and root dentin. **J Endod**, Chicago, v. 16, n. 5, p. 211-213, May 1990.

LEE, S. J.; MONSEF, M.; TORABINEJAD, M. sealing ability of a mineral trioxide aggregate of repair of lateral root perforations. **J Endod**, Chicago, v. 19, n. 11, p. 541-544, Nov. 1993.

LENGHEDEN, A. Influence of pH and calcium on growth and attachment of human fibroblasts in vitro. **Scand J Dent Res**, v. 102, n. 2, p. 130-136, Apr. 1994.

LENGHEDEN, A.; JANSSON, L. pH effects on experimental wound healing of human fibroblasts in vitro. **Eur J Oral Sci**. v. 103, n. 3, p. 148-155, Jun 1995.

LESSA, F. C. R. et al. Efeito citotóxico do cimento MTA branco e de um cimento experimental sobre células odontoblásticas em cultura. **Braz Oral Res**, São Paulo, n. 20, p. 179, Supplement (Proceedings of the 23^a Annual SBPqO Meeting) 2006. Resumo Pa 230. Apresentado na 23^a Reunião Anual da SBPqO, Atibaia, set. 2006.

LOHBAUER, U. et al. Calcium release and pH-characteristics of calcium hydroxide plus points. **Int Endod J**, Oxford, v. 38, n. 10, p. 683-699, Oct 2005.

LUIZ, M. **Avaliação do reparo apical e periapical em dentes de cães com lesão periapical após obturações retrógrada com diferentes materiais retrobturadores**. 2002. 193p. Tese (Doutorado em Odontologia) – Faculdade de Odontologia de Araraquara, Universidade Estadual de São Paulo, Araraquara, 2002.

McCOMB, D.; SMITH, J.C. Comparison of physical properties of polycarboxylate-based and conventional root canal sealers. **J Endod**, Chicago, v. 2, n. 6, p. 228-235, June 1976.

MANSON-HING, L. R. An investigation of the roentgenographic contrast of enamel, dentine, and aluminum. **Oral Surg**, Saint Louis, v. 11, n. 12, p. 1456-1472, Dec 1961.

MARCOTTE, L. R.; DOWSON, J.; ROWE, N. H. Apical healing with retrofilling materials amalgam and gutta-percha. **J Endod**, Chicago, v. 2, n. 1, p. 63-65, Feb. 1975.

MCMICHEN, F. R. et al. A comparative study of selected physical properties of five root-canal sealers. **Int Endod J**, Oxford, v. 36, n. 9, p. 629-635, Sept. 2003.

MENEZES, R. S. et al. Histologic evaluation of pulpotomies in dog using two types of mineral trioxide aggregate and regular and with Portland cement as wound dressings. **Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod**, Saint Louis, v. 98, n. 3, p. 376-379, Sept. 2004.

MESSING, J. J. The use of amalgam in endodontic surgery. **J Br Endod Soc**, London, v. 2, n. 1, p. 34-36, Autumn 1967.

MIRANDA, R. B. **Citotoxicidade de alguns cimentos reparadores de perfurações radiculares sobre células L 929**. 2007. Dissertação (Mestrado em Odontologia) – Faculdade de Odontologia, Universidade Grande Rio, Duque de Caxias, 2007.

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

NOETZEL, J. et al. Tissue responses to an experimental calcium phosphate cement and mineral trioxide aggregate as materials for furcation perforation repair: a histological study in dogs. **Clin Oral Investig**, Berlin, v. 10, n. 1, p. 77-83, Mar. 2006.

OKABE, T. et al. Effects of pH on mineralization ability of human dental pulp cells. **J Endod**, Chicago, v. 32, n. 3, p. 198-201, Mar. 2006.

OLIVEIRA, T. M. et al. Mineral trioxide aggregate as an alternative treatment for intruded permanent teeth, with root resorption and incomplete apex formation. **Dent Traumatol**, Copenhagen, v. 24, n. 5, p. 565-568, Oct. 2008.

ORFALI, F.; LILLEY, J. D.; MOLOKHIA, A. The radiopacity of some endodontic sealers cements. **J Dent Res**, Chicago, v. 66, n. 4, p. 876, Apr. 1987. /Abstract 368/.

OROSCO, F. A. **Análise da capacidade seladora e adaptação marginal de tampões apicais confeccionados com diferentes materiais, sob a influência de três técnicas de obturação de canais radiculares**. 2007. 140p. Dissertação (Mestrado em Odontologia) – Faculdade de Odontologia de Bauru, Universidade de São Paulo, Bauru, 2007.

PACE, R.; GIULIANI, V.; PAGAVINO, G. Mineral trioxide aggregate as repair material for furcal perforation: case series. **J Endod**, Chicago, v. 34, n. 9, p. 1130-1133; Sept. 1975.

PAVAN, N. N. O. **Análise da infiltração marginal em obturações retrógradas realizadas com polímero da mamona, epóxico experimental, cimento de óxido de zinco e eugenol reforçado (Super-EBA) e ionômero de vidro (FUJI II LC)**. 2007. Dissertação (Mestrado em Odontologia) – Faculdade de Odontologia de Bauru, Universidade de São Paulo, Bauru, 2007.

PELLICCIONI, G. A. et al. Evaluation of osteoblastlike cell response to Proroot MTA (mineral trioxide aggregate) cement. **J Mat Sci**, v. 15, n. 2, p. 167-73, FEB. 2004.

PEÑA, M. F. S. **Avaliação *in vitro* da atividade antimicrobiana de cimentos endodônticos que contém hidróxido de cálcio**. 2006. Monografia (Especialização em Odontologia) – Faculdade Ingá, Universidade de Maringá, Bauru, 2006.

PETRY, A. E. A. et al. Evaluation of endodontic sealers radiopacity using digitized imaging equipment. **Braz Endod J**, Goiânia, v. 2, n. 1, p. 24-28, 1997.

RUD, J.; ANDREASSEN, J. O.; JENSEN, J. E. A follow-up study of 1000 cases treated by endodontic surgery. **Int J Oral Surg**, Copenhagen, v. 4, n. 1, p. 215-228, Feb. 1972.

SAFAVI, K. E.; NICHOLS, F. C. Effect of calcium hydroxide on bacterial lipopolysaccharide. **J Endod**, Chicago, v. 19, n. 2, p. 76-78, Feb. 1993.

SAIDON, J. et al. Tissue reaction to implanted mineral trioxide aggregate or Portland cement. **J Endod**, Chicago, v. 28, n. 3, p. 247, Mar 2002. /Abstract n.52/

SANTOS, A. D. et al. Physico-chemical properties of MTA and a novel experimental cement. **Int Endod J**, Oxford, v. 38, n. 7, p. 443-447, July 2005.

SANTOS, A. D. et al. Setting time and thermal expansion of two endodontic cements. **Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod**, Saint Louis, v. 106, n. 3, p. 77-79, Sept. 2008.

SEUX, D. et al. Odontoblast-like cytodifferentiation of human dental pulp cells in vitro in the presence of a calcium hydroxide-containing cement. **Arch Oral Biol**. v. 36, n. 2, p. 117-128, Jan./June 1991.

SCIAKY, I.; PISANTI, S. Localization of calcium placed over amputated pulps in dogs' teeth. **J Dent Res**, Chicago, v. 39, p. 1128-1132, Nov./Dec. 1960.

SHA, P. M. M. et al. Radiopacity of potencial root-end filling materials. **Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod**, Saint Louis, v. 81, n. 4, p. 476-479, Apr. 1996.

SHIE, M. Y. et al. The effect of a physiologic solution pH on properties of white mineral trioxide aggregate. **J Endod**, Chicago, v. 35, n. 1, p. 98-101, Jan. 2009.

SILVA, L. A. et al. Calcium hydroxide root canal sealers: evaluation of pH, calcium ion concentration and conductivity. **Int Endod J**, Oxford, v. 30, n. 3, p. 205-209, May 1997.

SILVA-NETO, U. X. **Capacidade seladora e adaptação marginal proporcionadas por alguns materiais quando utilizados em perfurações na região de furca de molares humanos**. 2002. 121p. Dissertação (Mestrado em Odontologia) – Faculdade de Odontologia de Bauru, Universidade de São Paulo, Bauru, 2002.

SIQUEIRA, D. C. R. et al. Avaliação da infiltração bacteriana de cimentos utilizados na retrobturação. **Braz Oral Res**, São Paulo, v. 18, p. 162, Supplement (Proceedings of the 21^a Annual SBPqO Meeting) 2004. Resumo Pa 230. Apresentado na 21^a Reunião Anual da SBPqO, Águas de Lindóia, set. 2004.

SONG, J. S. Chemical analysis of powder and set forms of Portland cement, gray ProRoot MTA, and gray MTA-Angelus. **Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod**, Saint Louis, v. 12, n. 6, p. 809-815, Dec. 2006.

SRINIVASAN, V.; WATERHOUSE, P.; WHITWORTH, J. Mineral trioxide aggregate in paediatric dentistry. **Int Paediatr Dent**, Oxford, v. 19, n. 1, p. 34-47, Jan. 2009.

STAEHLE, H. J. et al. Effect of root canal filling materials containing calcium hydroxide on the alkalinity of root dentin. **Endod Dent Traumatol**, Copenhagen, v. 11, n. 4, p. 163-168, Aug. 1995.

STANLEY, H. R. Pulp capping: conserving the dental pulp--can it be done? Is it worth it? **Oral Surg Oral Med Oral Pathol**, Saint Louis, v. 68, n. 5, p. 628-639, Nov 1989.

TAGGER, M.; TAGGER, E.; KFIR, A. Release of calcium and hydroxyl ions from set endodontic sealers containing calcium hydroxide. **J Endod**, Chicago, v. 14, n. 12, p. 588-591, Dec 1988.

TAMBURIC, S. D.; VULETA, G. M.; OGNJANOVIC, J. M. In vitro release of calcium and hydroxyl ions from two types of calcium hydroxid preparation. **Int Endod J**, Oxford, v. 26, n. 2, p. 125-130, Mar, 1993.

TANOMARU-FILHO, M. Capacidade seladora de diferentes cimentos endodônticos em obturações retrógradas. **Rev Fac Odontol Lins**, Lins, v. 2, p. 58-61, 1998.

TANOMARU-FILHO, M. et al. Radiopacity evaluation of root-end filling materials by digitization of images. **J Appl Oral Sci**, Bauru, v. 16, n. 6, p. 376-379, Dec. 2008.

TAY, F. R. et al. Susceptibility of a polycaprolactone-based root canal filling material to degradation. I. Alkaline hydrolysis. **J Endod**, Chicago, v. 31, n. 8, p. 593-598, Aug. 2005.

TORABINEJAD, M.; WATSON, T. F.; PITT FORD, T.R. Sealing ability of a mineral trioxide aggregate when used as a root end filling material. **J Endod**, Chicago, v. 19, n. 12, p. 591-595, Dec. 1993.

TORABINEJAD, M. et al. Physical and chemical properties of a new root-end-filling material. **J Endod**, Chicago, v. 21, n. 7, p. 349-353, July 1995.

TORNECK, C.D.; MOE, H.; HOWLEY, T.P. The effect of calcium hydroxide on porcine pulp fibroblasts in vitro. **J Endod**, Chicago, v. 9, n. 4, p. 131-136, Apr. 1983.

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

VASCONCELOS, B. C. **Avaliação de algumas propriedades físico-químicas de cimentos retrobturadores à base de agregado trióxido mineral e de um cimento epóxico experimental**. 2006. 162p. Dissertação (Mestrado em Odontologia) – Faculdade de Odontologia de Bauru, Universidade de São Paulo, Bauru, 2006.

WUCHERPFENNING, A. L.; GREEN, D. B. Mineral trioxide vs Portland cement: two biocompatible filling materials. **J Endod**, Chicago, v. 25, n. 4 p. 308, Apr. 1999. /Abstract n. 40/