

# **UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA**

Programa de Pós-graduação em Ciência e Tecnologia de Materiais  
Faculdade de Ciências – Campus de Bauru  
Departamento de Física e Química – Campus de Ilha Solteira

Alailson Domingos dos Santos

## **Estudo de propriedades físico-químicas de um novo cimento obturador endodôntico.**

Ilha Solteira  
2009

Alailson Domingos dos Santos

# **Estudo de propriedades físico-químicas de um novo cimento obturador endodôntico.**

Tese apresentada como requisito à obtenção do título de Doutor à Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” – Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Materiais, área de concentração Física da Matéria Condensada, sob a orientação do Prof. Dr João Carlos Silos Moraes.

## **DEDICATÓRIA.**

Dedico este trabalho à minha amada esposa Roselli e aos meus amados filhos Pedro Graco, José Miguel e José Eduardo.

## **AGRADECIMENTOS**

Agradeço especialmente o Professor João Carlos Silos Moraes por tudo que ele me ensinou nestes anos de convivência.

Agradeço aos meus pais, meus familiares e a todos que colaboraram na execução deste trabalho, meus colegas de curso, funcionários e docentes da UNESP-Ilha Solteira.

Agradeço também o Professor Carlo Prati a professora Maria Giovanna Gandolfi e todos os amigos (Gianluca, Fabíola, Silvia, Angélica, Andrea, Marco Montanari, Stéfano, Stéfano, Marcella e Chiara) da Univerddidade de Bologna por tudo que fizeram por mim durante minha estada naquela Universidade.

Agradeço a Holcin, Capes, Fapesp, Fundunesp.

“Bom mesmo é ir a luta com determinação, abraçar a vida e viver com paixão, perder com classe e vencer com ousadia, porque o mundo pertence a quem se atreve e a vida é muito para ser insignificante...”

Charles Chaplin

## RESUMO

Os cimentos odontológicos a base de Cimento Portland, vêm desde a década passada sendo exaustivamente analisados em pesquisas científicas. Comercialmente como exemplo, temos o ProRoot MTA (Tulsa Dental, Oklahoma – USA) e o MTA-Angelus (Angelus Soluções Odontológicas, Londrina – Brazil). Ambos possuem inúmeras qualidades, porém tem inadequado tempo de presa e uma consistência que dificulta o seu manuseio por parte dos clínicos. O Grupo Vidros e Cerâmicas da UNESP - Ilha Solteira desenvolveu um cimento com as mesmas aplicações clínicas do MTA. Estudos recentes mostram que este material (denominado CER), possui propriedades físico-químicas semelhantes às aquelas apresentadas pelo MTA. Atualmente tem-se tentado utilizar o cimento MTA como cimento obturador endodôntico, porém, características físicas dificultam seu uso para este fim. A proposta deste trabalho foi mostrar o desenvolvimento de um novo cimento obturador endodôntico, partindo da formulação do CER e testar algumas propriedades físico químicas deste material, tendo como comparação o cimento endodôntico comercial Sealer 26<sup>®</sup> (Dentsply Ind. E Com. Ltda, Petrópolis – Brazil). Os resultados obtidos mostraram que o cimento CEOE comparado com o Sealer 26<sup>®</sup>, tem um tempo de presa menor, maior liberação de íons, maior dureza e semelhante adesividade, solubilidade e selabilidade.

## **ABSTRACT**

In the last decade, the dental cements based on Portland cement have been exhaustively investigated scientifically. Commercially is available the ProRoot MTA (Tulsa Dental, Oklahoma - USA) and MTA-Angelus (Angelus Soluções Dental, Londrina - Brazil) cements. In spite of the excellent physical, chemical and biological properties, one of the main disadvantages with using MTA is its extended setting time and difficult handling. Recently, the Glass and Ceramics group developed an experimental cement with the same clinical applications of MTA. Recent investigations showed that this material (entitled CER) it has physico-chemical properties similar those of the MTA. At present its biological properties are being investigated. One of the principal functions of the MTA is to seal the communications between the root and extern surface of the teeth. Recent studies have been showing that the physical characteristics of the MTA make difficult his use as root-filling cement. The purpose of this study was to develop new endodontic cement based on the formulation of the CER material. The properties evaluate in this study were: setting time, ions release, adhesion, hardness, solubility and sealing ability. The obtained results were compared with the Sealer 26 ® (Dentsply Ind. e Com Ltda, Petrópolis - Brazil).

## **Produção científica no período**

### **Trabalhos publicados em periódicos:**

1 - SANTOS, A.D.; ARAÚJO, E.B.; YUKIMITU, K.; BARBOSA, J.C.; MORAES, J.C. Setting time and thermal expansion of two endodontic cements. Oral Surgery, Oral Medicine, Oral Pathology, Oral Radiology and Endodontics, Saint Louis, v.106, n.3, p.77-79, 2008.

### **Trabalhos completos em anais de congressos:**

1 - MORAES, J C S ; SANTOS, A D ; Santos, P.H. . Novel endodontic cement as root canal filling: study of physical-chemical properties. In: 2nd Internacional Congress on Ceramics, 2008, Verona. Book of 2nd International congress on ceramics, 2008. v. I. p. CD.

2 - SEIXAS, Michela Melissa Duarte ; MORAES, J C S ; SANTOS, Alailson Domingos dos . ESTUDO COMPARATIVO DA ADESIVIDADE DE DOIS CIMENTOS ENDODÔNTICO: SEALER26 E CIMENTO EXPERIMENTAL. In: XVIII Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, 2008, Porto de Galinhas - PE. XVIII Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, 2008. v. CD. p. 3188-3192.

3 - SEIXAS, Michela Melissa Duarte ; MORAES, J C S ; SANTOS, Alailson Domingos dos . ESTUDO DE LIBERAÇÃO DE ÍONS DE UM CIMENTO EXPERIMENTAL OBTURADOR DE CANAL DENTÁRIO. In: XVIII Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, 2008, Porto de Galinhas - PE. XVIII Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, 2008. v. CD. p. 3194-3200.

4 - SANTOS, A D ; LOFEGO, Lea ; MORAES, Joao Carlos Silos ; Santilli CV . Expansão térmica e porosidade do cimento CER em função da relação pó/líquido. In: XVII Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, 2006, Foz do Iguaçu. Anais do XVII Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, 2006. v. 1. p. 168-174.

5 - LOFEGO, Lea ; dos Santos, P.H. ; MORAES, Joao Carlos Silos . Tempo de presa e microdureza do cimento CER em função da proporção pó/líquido. In: XVII Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, 2006, Foz do Iguaçu. Anais do XVII Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, 2006. v. 1. p. 177-183.



# SUMÁRIO

1 - INTRODUÇÃO .....	10
2 - MTA: EVOLUÇÃO E REVISÃO DA LITERATURA .....	14
3 - CONSIDERAÇÕES GERAIS .....	30
3.1 - Cimento Portland .....	30
3.2 - Clínquer. Composição e processo de produção .....	33
3.3 - Importância do hidróxido de cálcio nos cimentos endodônticos .....	38
3.4 - Mecanismo de ação do hidróxido de cálcio .....	42
3.5 - Tempo de presa .....	45
3.6 - Adesividade .....	46
3.7 - Solubilidade .....	47
3.8 - Filtração de fluido .....	49
3.9 - Espectroscopia de absorção atômica .....	49
3.10 - Dureza .....	52
4 - MATERIAIS E MÉTODOS .....	55
4.1 - Tempo de presa .....	55
4.2 - Liberação de íons .....	57
4.3 - Adesividade .....	60
4.4 - Dureza .....	63
4.5 - Solubilidade .....	64
4.6 - Selabilidade .....	66
5 - RESULTADOS E DISCUSSÃO .....	70
5.1 - Tempo de presa .....	70
5.2 - Liberação de íons .....	71
5.3 - Adesividade .....	75
5.4 - Dureza .....	76
5.5 - Solubilidade .....	77
5.6 - Selabilidade .....	78
6 - CONCLUSÃO .....	80
7 - REFERÊNCIAS .....	81
8 - ANEXO .....	94
8.1 - Banco de dentes humanos .....	94
9 - APÊNDICE .....	95
9.1 - Artigos completos publicados em periódicos .....	95

## 1 – INTRODUÇÃO

A história da odontologia é muito antiga, achados arqueológicos datados do século III aC mostram que os fenícios já tentavam resolver problemas dentários. Foram encontrados em sarcófagos e escavações dentes de animais presos a dentes humanos com fios e anéis de ouro. A odontologia moderna somente começou a tomar forma com o livro "*Le Chirurgien Dentiste*", publicado em 1728. Seu autor Pierre Fauchard é considerado o pai da odontologia moderna, pois, a partir de sua obra a odontologia passou a ser melhor compreendida. Atualmente, com o avanço técnico e científico, a odontologia abrange uma série de especialidades e uma das mais complexas e fascinantes é a endodontia. "Endodontia é a ciência que envolve a etiologia, prevenção, diagnóstico e tratamento das alterações patológicas da polpa dentária e de suas repercussões na região periapical e conseqüentemente no organismo" (*Mario Roberto Leonardo*). Esta especialidade começou a se organizar em 1943 quando profissionais de Chicago formaram a *American Association of Endodontics*. Porém, somente em 1963 foi reconhecida como especialidade odontológica pela Associação Americana de Odontologia. No Brasil, sua regulamentação pelo Conselho Federal de Odontologia só aconteceu em 1975.

Durante toda a história da evolução da odontologia, vários materiais e técnicas foram usados na tentativa de resolver problemas endodônticos. No século I, Arquígenes sugere a extirpação da polpa dental para preservar o dente. Serapion, no século X, usava ópio sobre a cárie dental para aliviar a dor, até insetos, ratazanas e patas de animais foram usadas para solucionar estes problemas. Ambroise de Paré, no século XVI, sugere o uso de óleo de cravo nas afecções endodônticas. Em 1756, Phillip Pfaff menciona pela primeira vez o uso de folhas de ouro sobre a polpa

dental. Durante os vários anos que se seguiram muitos materiais foram empregados na tentativa de se encontrar o material ideal para as complicações endodônticas.

Atualmente, diante das várias patologias e acidentes (por exemplo reabsorções externas e internas, pulpites, exposições pulpares, perfurações radiculares e de furca, lesões periapicais, necrose pulpar, entre outros que ocorrem na endodontia) uma gama enorme de materiais é indicado para cada situação. Dia a dia novos produtos surgem no mercado ampliando o arsenal farmacológico usado pelos profissionais que trabalham nesta especialidade. O aprimoramento dos compostos comerciais, bem como o desenvolvimento de novos materiais vem de encontro às necessidades clínicas destes profissionais, e cabe aos pesquisadores além do desenvolvimento, um estudo profundo das suas propriedades físicas químicas e biológicas.

Na década passada, surgiu um novo cimento endodôntico à base de silicato de cálcio denominado *mineral trioxide aggregate* (MTA) que causou grande impacto na endodontia. Seu idealizador foi Mohamed Torabinejad da Universidade de Loma Linda – Califórnia – USA e foi lançado comercialmente em 1998 pela Dentsply com o nome de Pro-Root. O cimento foi indicado inicialmente como material retro-obturador<sup>1</sup> e como reparador de perfurações<sup>2</sup>. Desde então, muitos trabalhos atestam seu uso em várias outras ocorrências endodônticas<sup>3,4,5,6,7,8</sup>. O sucesso deste material está relacionado ao fato dele contemplar várias propriedades físicas<sup>1,9,10,11</sup>, químicas<sup>1,9,10,11</sup> e biológicas<sup>10,12,13,14,15</sup>. Dentre estas propriedades estão: biocompatibilidade, baixa solubilidade, pH alcalino, estabilidade dimensional, boa radiopacidade e induzir o reparo tecidual. O ótimo desempenho no processo de reparo tecidual é uma das principais propriedades do MTA e é um dos fatores que faz com que ele tenha grande aceitação no meio endodôntico. Este processo está

relacionado com a presença do hidróxido de cálcio ( $\text{Ca(OH)}_2$ ) na pasta deste cimento<sup>80</sup>. O  $\text{Ca(OH)}_2$  ao entrar em contato com meio aquoso dissocia-se em íons  $\text{Ca}^{2+}$  e íons  $\text{OH}^-$ . A presença destes íons no líquido tissular promove ação antimicrobiana e esta parece estar associada à formação de barreira de tecido mineralizado. Estes processos associados podem estar relacionados ao processo de reparo tecidual.

Apesar das inúmeras qualidades do cimento MTA, trabalhos reportam a dificuldade de seu manuseio clínico<sup>16,17</sup>, além de possuir um tempo de presa inadequado<sup>16,17,18</sup>. Buscando solucionar estas dificuldades, foi sintetizado em 2003, pelo Grupo Vidros e Cerâmicas da UNESP de Ilha Solteira, um cimento selador endodôntico denominado CER (PI 0500213-3)<sup>19</sup>. Este cimento é constituído basicamente de clínquer (matéria prima utilizada na fabricação do cimento Portland), sulfato de bário e uma emulsão que tem a função de dar à mistura uma melhor consistência de trabalho e adequar seu tempo de presa às necessidades clínicas.

Algumas propriedades físico-químicas do CER já foram estudadas<sup>20,21</sup> e os resultados mostraram que ele possui propriedades semelhantes às aquelas apresentadas pelo MTA, com as vantagens de ter um tempo de presa menor (7 min contra 15 min do MTA-Angelus e 3 h do Pro-Root MTA) e uma consistência de trabalho que facilita suas aplicações clínicas. Estudos de propriedades biológicas estão em andamento com outros grupos de pesquisa da UNESP.

Devido às excelentes vantagens do cimento MTA, atualmente tem-se tentando utilizá-lo como cimento obturador endodôntico<sup>22,6,23,24,25,26</sup>. Os cimentos obturadores tem como funções: promover aderência entre o cone de guta-percha e as paredes do canal radicular, ser lubrificante auxiliando o ajuste do cone principal e, além disso, preencher os espaços anatômicos de difícil acesso<sup>27</sup>. Porém, para que

isso seja possível é imperativo que este material apresente algumas das propriedades essenciais para um selamento hermético dos canais radiculares. Estas propriedades podem ser divididas em biológicas e físico-químicas. Como propriedades biológicas temos: boa tolerância tecidual, ser reabsorvido no periápice, estimular ou permitir deposição de tecido mineralizado, ter ação antimicrobiana. Como físico-químicas temos: facilidade de inserção, ser plástica no momento da inserção e posteriormente se solidificar, possuir bom tempo de trabalho, ter estabilidade dimensional, ser impermeável, possuir bom escoamento, ser pouco solúvel e possuir boa viscosidade e aderência.

Buscando aproveitar as excelentes propriedades do MTA e resolver as dificuldades de seu uso como cimento obturador endodôntico, nossa proposta neste trabalho foi o desenvolvimento de um novo cimento obturador a partir do cimento CER (neste trabalho este cimento experimental será denominado somente por: Cimento Endodôntico Obturador Experimental - CEOE). Além disso, estudar a seguintes propriedades físico-químicas: tempo de presa, liberação de íons cálcio e hidroxila, adesividade, solubilidade, dureza e selabilidade. Os resultados destes estudos serão comparados com aqueles obtidos com o cimento obturador endodôntico Sealer 26<sup>®</sup>.

## 2 - MTA: EVOLUÇÃO E REVISÃO DA LITERATURA

O cimento MTA é composto basicamente por um pó, branco ou acinzentado, que quando misturado à água produz uma pasta hidrofílica. O pó é composto principalmente de silicato tricálcio, silicato dicálcio, aluminato tricálcio, ferroaluminato tetracálcio, óxido de bismuto e sulfato de cálcio dihidratado. Segundo o fabricante, o MTA pode ainda conter sílica cristalina e óxidos de cálcio e magnésio. O pó quando misturado à água destilada forma uma pasta, iniciando assim a cinética de cristalização do material. Este produto foi aprovado em 1998 pela FDA (*Food and Drugs Administration*) e lançado comercialmente em 1999, pela Dentsply Tulsa Dental, Oklahoma – USA, com o nome comercial de Pro-Root MTA. No Brasil, um produto com as mesmas características e de formulação química semelhante é produzido pela empresa Angelus Ciência e Tecnologia, Londrina-PR, com o nome comercial de MTA-Angelus.

O MTA foi reportado pela primeira vez na literatura científica por Lee et al.<sup>2</sup>. Desde então, muitos trabalhos mostraram suas vantagens sobre os outros materiais usados para selar comunicações entre o meio interno e externo dos dentes.

Wucherpfenning e Green<sup>28</sup> mostraram por difração de raios-X que o Pro-Root MTA possuía uma composição química semelhante ao cimento Portland. Posteriormente, outros trabalhos ratificaram esta semelhança.

Estrela et al.<sup>29</sup> fizeram um estudo comparativo entre a ação antibacteriana dos cimentos MTA, cimento Portland, pasta de hidróxido de cálcio, Sealapex e Dycal. Além disso, analisaram a composição química dos cimentos MTA e Portland usando a espectroscopia de fluorescência com raios-X. Os resultados mostraram que o

cimento Portland tem os mesmos elementos químicos do MTA, exceto que o MTA possui óxido de bismuto, que confere radiopacidade ao material.

Islam et al.<sup>30</sup>, por meio de difração de raios-X fizeram uma análise da composição química dos cimentos Pro-Root MTA e Portland, com os pós cinza e branco de ambos os cimentos. Os resultados mostraram que os componentes mais encontrados nos cimentos testados foram C3S (silicato tricálcio), C3A (aluminato tricálcio), C2S (silicato dicálcio) e C4AF (ferroaluminato tetracálcio). Assim, os cimentos têm basicamente a mesma constituição, exceto pela presença de óxido de bismuto nos cimentos MTA cinza e branco. Eles sugeriram que devido à similaridade entre os materiais, o conhecimento do cimento Portland pode ajudar a melhorar algumas das características físicas do MTA e com isso expandir suas aplicações clínicas.

Oliveira et al.<sup>31</sup> fizeram um estudo comparativo da composição química dos cimentos Pro-Root MTA, MTA-Angelus e Cimento Portland Votoran usando a espectroscopia de energia dispersiva de raios-X (EDAX). Os resultados mostraram uma similaridade muito grande entre os três cimentos. Uma diferença observada é que o cimento Portland não possui óxido de bismuto, que é usado no MTA como radiopacificador. Além disso, o MTA-Angelus não apresentou quantidade significativa de ferro e o Pro-Root MTA não possuía índices relevantes de alumínio. Os autores concluíram que diante da similaridade dos materiais, o cimento Portland pode no futuro ser usado como uma alternativa clínica ao cimento MTA.

Camilleri et al.<sup>32</sup> estudaram a constituição e a morfologia superficial do Pro-Root MTA cinza e branco e do *Ordinary Portland cement* (Central Cement, Italy). Os componentes presentes nos materiais foram avaliados antes e depois da mistura com água destilada. O pó foi analisado por EDAX, microscopia eletrônica de

varredura (SEM) e difração de raios-X (XRD). A morfologia das superfícies dos materiais foi avaliada em amostras curadas em diferentes condições: 100% de umidade, imersas em água e imersão em solução de fosfato. Os resultados mostraram que o MTA branco é composto basicamente por cálcio, sílica, bismuto e oxigênio; o MTA cinza é composto por silicato dicálcio e silicato tricálcio, além de apresentar pequena quantidade de ferro e alumínio. Com relação à morfologia da superfície, elas diferem de acordo com as condições estudadas. Os autores também colocam que a versão comercial do MTA, é muito similar a do cimento Portland, exceto pela presença de bismuto no MTA.

Song et al.<sup>33</sup> avaliaram a composição química e a estrutura cristalina dos cimentos: Portland, Pro-Root MTA cinza e branco e o MTA-Angelus cinza. A estrutura dos materiais foi analisada por meio de XRD e a composição química pela técnica EDAX. O pó e a pasta endurecida de todos os materiais foram analisados. Os resultados mostraram que a estrutura cristalina e a composição química dos cimentos MTA branco e cinza são similares, exceto pela presença de ferro nos cimentos MTA cinza. Além disso, ambos apresentaram na sua composição óxido de bismuto e silicatos de cálcio. O cimento Portland mostrou como principais componentes os silicatos de cálcio, porém na sua composição não contém óxido de bismuto. O cimento MTA-Angelus apresentou menor quantidade de óxido de bismuto quando comparado ao Pro-Root MTA. Os autores ainda relataram que não houve diferença na estrutura cristalina e na composição química dos materiais na forma de pó e após o endurecimento.

Asgary et al.<sup>34</sup> determinaram e compararam a composição química do MTA (White MTA, Dentsply, Tulsa Dental Products) e duas diferentes marcas de cimento Portland. Os resultados mostraram que a composição dos materiais são similares,



exceto pela ausência de óxido de bismuto no cimento Portland. Outra diferença encontrada neste estudo diz respeito ao tamanho dos cristais, no WMTA; as partículas são mais uniformes que os encontrados nas amostras de Cimento Portland.

Funteas et al.<sup>35</sup> compararam a composição química dos cimentos MTA (Dentsply;Tulsa Dental Products) e Cimento Portland. Quinze elementos foram analisados por *inductively coupled plasma emission spectrometry* (ICP-ES). Os resultados revelaram similaridade entre os materiais, exceto pela ausência de óxido de bismuto no Cimento Portland.

Hwang et al.<sup>36</sup> estudaram a composição química, radiopacidade e biocompatibilidade do Cimento Portland acrescido de óxido de bismuto comparando com Cimento Portland convencional e com MTA. A composição química foi analisada por meio de MEV e DRX. Os resultados mostraram que os materiais são similares e que as partículas do MTA são mais regulares que as do Cimento Portland.

Além dos estudos que comprovaram a similaridade na constituição química dos cimentos MTA e Portland, vários autores também analisaram as propriedades físicas, químicas e biológicas do MTA, em alguns casos, tendo como modelo comparativo o cimento Portland.

Torabinejad et al.<sup>37</sup> avaliaram o tempo necessário para que uma cepa de bactérias (*staphylococcus epidermis*) penetrasse em 3 mm de espessura no amálgama, super-EBA, IRM ou Pro-Root MTA, quando usados como cimentos retro-obturadores. Os seguintes resultados foram obtidos: amálgama 28,5 dias, super-EBA 34,5 dias, IRM 15 dias e MTA 90 dias, mostrando que, estatisticamente, o MTA teve um melhor desempenho que os outros materiais.

Adamo et al.<sup>38</sup> analisaram a infiltração marginal dos cimentos MTA, super-EBA, resina composta e amálgama como retro-oturadores endodônticos, utilizando bactérias. Os resultados mostraram que, após 4 semanas, 10% das amostras de cada material apresentavam infiltração e, após 8 semanas, 20% das amostras de amálgama sem agente adesivo, super-EBA e MTA apresentavam infiltração. Os autores concluíram que após 12 semanas não houve diferença estatística entre os grupos estudados.

Danesh et al.<sup>39</sup> fizeram um estudo comparativo da solubilidade, microdureza e radiopacidade do cimento Pro-Root MTA e de dois tipos diferentes de cimento Portland (C1: Teutonia Portlandzement, Teutonia Zementwerk, Nannover, Germany; C2: Felsenfest Portlandkalksandsteinzement, Spenner Zement, Erwitte, Germany). As medidas de solubilidade foram realizadas usando a norma ISO 6876 de 2006 e a radiopacidade de acordo com a norma ISO 6876 de 2001. Os resultados mostraram que após 28 dias o Pro-Root MTA teve menor solubilidade (0,78%) quando comparado com os dois cimentos Portland (31,38% e 33,33% para os cimentos C1 e C2, respectivamente). A microdureza do cimento Pro-Root MTA (39,99 HV) foi significativamente maior que a dos Portland C1 e C2 (16,32 HV e 13,51 HV, respectivamente). O cimento Pro-Root MTA mostrou-se mais radiopaco que os outros dois cimentos. Os autores concluíram que o cimento Pro-Root MTA apresentou melhores propriedades que os cimentos Portland estudados.

Hachmeister et al.<sup>40</sup> testaram a selabilidade do Pro-Root MTA em dentes com ápice aberto em um modelo *in vitro*. Os testes foram realizados por meio de infiltração de bactérias e testes de deslocamento. Os dentes foram preparados de modo que seus ápices tivessem as mesmas características de dentes imaturos. O cimento MTA foi usado como barreira apical com espessuras de 1 e 4 mm, com e

sem aplicação prévia de hidróxido de cálcio. Os resultados mostraram que, após 70 dias, 100% das amostras sofreram infiltração de bactérias. Quanto ao deslocamento, as amostras que possuíam barreiras com 4 mm mostraram maior resistência à força de deslocamento, independentemente do uso do hidróxido de cálcio. Os autores concluíram que: a infiltração foi motivada pela técnica aplicada e não por deficiência do cimento, o uso do MTA como opção de tratamento de dente imaturo é promissor se a selabilidade for melhorada com o uso de uma técnica mais apropriada.

Fridland e Rosado<sup>41</sup> testaram a solubilidade e a porosidade do cimento Pro-Root MTA com diferentes proporções pó/líquido. A solubilidade foi determinada usando as normas ISO 6876 -ADA nº30 e a porosidade pelo método de Arquimedes. Neste estudo também foi determinada a composição química do material dissolvido. A análise química do sal dissolvido foi feita por espectroscopia de absorção atômica e apresentou o cálcio ( $\text{Ca}^{2+}$ ) como principal componente e, em concentrações menores, foi encontrado potássio ( $\text{K}^+$ ), sódio ( $\text{Na}^+$ ) e ferro ( $\text{Fe}^{3+}$ ). Este estudo também mostrou que a água em contato com o cimento tem um pH altamente alcalino (de 11,94 a 11,99). Os resultados de solubilidade e porosidade mostraram que o grau de solubilidade aumenta com o aumento da quantidade de água da mistura. O produto de solubilização na sua maior parte é o hidróxido de cálcio, sugerindo que este material pode induzir o processo de remineralização.

Islan et al.<sup>42</sup> avaliaram a radiopacidade, pH, tempo de presa, solubilidade e estabilidade dimensional dos cimentos Pro-Root MTA e Portland, ambos nas versões branco e cinza. As medidas de radiopacidade, tempo de endurecimento e estabilidade dimensional foram feitas de acordo com a norma ISO 6876:2001. A medida de resistência à compressão foi feita de acordo com a BSI (British Standard institution). Os resultados mostraram que o pH do cimento Portland (cinza e branco)

tiveram valores superiores aos do MTA (cinza e branco). A radiopacidade do MTA foi maior do que a do cimento Portland. Ambos os cimentos brancos tiveram tempos de presa menores do que os cimentos cinza, eles são mais solúveis, apresentaram uma melhor estabilidade dimensional e uma maior resistência à compressão após 28 dias.

Luketic et al.<sup>43</sup> avaliaram a selabilidade dos materiais MTA (Pro-Root; Dentsply/Maileffer, Konstanz, Germany) e amálgama (Vivadent, Schaan, Liechtenstein), quando usados como retroobturadores. Os testes foram conduzidos com uma suspensão de bactérias composta de *Streptococcus mutans*, *Streptococcus mitis*, *Lactobacillus*, *Staphylococcus aureus*, e *Enterococcus faecalis*. A infiltração foi analisada por 90 dias e mostrou que o MTA teve melhores resultados que o amálgama.

Gancedo-Caravia et al.<sup>44</sup> avaliaram como a umidade do ambiente pode afetar a adesividade do cimento MTA (Pro-Root MTA, Dentsply-Maillefer). As amostras foram divididas em 2 grupos: W – cimento mantido em ambiente úmido durante o endurecimento e D – cimentos mantido em ambiente seco. A retenção foi testada pela técnica de *push-out* e os resultados mostraram que as condições de umidade afetam os resultados de retenção do material à parede de dentina. As amostras do grupo W (ambiente úmido) mostraram maiores valores de retenção que as amostras do grupo D (ambiente seco).

De-Deus et al.<sup>45</sup> fizeram um estudo comparativo de infiltração com cultura de bactérias dos cimentos MTA (Pro-Root MTA<sup>®</sup>) e Cimento Portland (Mauá CP32-Kind II, Lafarge). Para o testes 36 primeiros molares inferiores foram divididos em 2 grupos; perfurações no centro do assoalho da câmara pulpar foram confeccionadas e então seladas com os cimentos a serem estudados. Para o teste foi usada saliva

humana e *BHI broth* na proporção 1:1. Após o estudo, os autores concluíram que os cimentos mostraram resultados similares para infiltração de bactérias.

Bidar et al.<sup>46</sup> avaliaram com Microscopia Eletrônica de Varredura a adaptação marginal de três materiais: MTA grey e white (Pro-Root MTA, Dentsply, Tulsa Dental, OK, USA) e Cimento Portland (Mashad Cement Co., Iran). O estudo foi feito com 75 dentes humanos que foram divididos em 3 grupos (n=25) e retroobturados com os cimentos propostos. Os resultados mostraram que não houve diferença estatística significativa entre os materiais estudados.

Maltezos et al.<sup>47</sup> compararam o selamento de retrobturações feitas com 3 materiais diferentes: Resilon, Super Eba e Pro-Root MTA. Foram usados 15 dentes humanos para cada grupo e o estudo foi feito com infiltração de bactérias (*Streptococcus salivarius*). Com os resultados os autores concluíram que Resilon pode ser uma boa alternativa como cimento retroobturador, visto que não apresentou diferença significativa dos resultados do MTA. Os dois cimentos (Resilon e MTA) apresentaram melhores resultados que o Super Eba.

Tanumaru-Filho et al.<sup>48</sup> avaliaram histologicamente o processo de reparo tecidual em dentes de cães retrobturados após lesão periapical induzida. Neste estudo foram utilizados os materiais: Sealer 26<sup>®</sup> (Dentsply, Petrópolis, Brazil); Sealapex (Kerr Corporation, Romulus, Mich); Pro-Root MTA (Dentsply–Tulsa Dental, Tulsa, Okla). Os resultados mostraram que os três materiais apresentaram reparo tecidual satisfatório, não havendo diferenças histológicas nas amostras estudadas.

Santos et al.<sup>20,21</sup> estudaram o tempo de presa, expansão térmica, condutividade, liberação de íons cálcio e hidroxila do cimento MTA Angelus, e do cimento experimental CER. Os resultados mostraram que ambos têm tempo de presa compatível com seu uso, expansão térmica muito próxima dos valores da

dentina, além disso mostraram que tem potencial para promover reparo tecidual devido a liberação de íons cálcio e hidroxila.

Storm et al.<sup>49</sup> avaliaram a expansão de presa dos cimentos Grey MTA, White MTA e Cimento Portland. As amostras foram imersas em água esterilizada e em HBSS (*Hank's balanced salt solution*), as quais foram analisadas após 24h. Os resultados mostraram que a maior taxa de expansão foi apresentada pelo Grey MTA imerso em água, o mesmo comportamento foi observado para a imersão em HBSS.

Camilleri et al.<sup>50</sup> analisaram a biocompatibilidade dos cimentos Grey MTA e White MTA e, os resultados mostraram que os materiais apresentam boa biocompatibilidade nas primeiras 24h; após 28 dias os materiais se mostraram menos biocompatíveis.

Poggio et al.<sup>51</sup> testaram a solubilidade de 3 cimentos comumente usados como retrobturadores: IRM (Dentsply, Johnson City, TN), MTA (Dentsply, Johnson City, TN) e Supersel (Ogna, Milano, Italy), usando o cimento Argoseal (Ogna, Milano, Italy) como controle. A solubilidade foi testada de acordo com a norma ISO nº 6876 e pela especificação nº 30 da ADA. Os resultados mostraram que todos os materiais têm valores de solubilidade muito baixos, adequados para o uso como retrobturadores.

Atualmente, o cimento MTA tem grande aceitação e múltiplos usos na odontologia: pulpotomia, capemento pulpar, apicificação, retrobturação, reparo de reabsorções e selamento de perfurações. Para os endodontistas, o surgimento deste material veio ao encontro de suas necessidades clínicas, que careciam de um material reparador eficiente para estas ocorrências endodônticas. Apesar das suas excelentes vantagens clínicas e das boas propriedades físicas, químicas e biológicas, vários pesquisadores vem trabalhando para tentar melhorar algumas de

suas propriedades, principalmente a sua consistência de trabalho e seu tempo de presa.

Wiltbank et al.<sup>52</sup>, tentando diminuir o tempo de presa do MTA, fizeram testes comparativos adicionando aceleradores ao Pro-Root MTA cinza (GMTA), Pro-Root MTA branco (WMTA) e cimento Portland (PC). Os compostos usados foram cloreto de cálcio, nitrato e nitrito de cálcio e formiato de cálcio, que são aceleradores clássicos do cimento Portland. Além do tempo de presa, foram avaliadas a estabilidade dimensional, pH e a temperatura, durante o processo de endurecimento. Os resultados mostraram que os tempos de presa após o uso dos aceleradores diminuiriam substancialmente, exceto para o WMTA com o nitrato/nitrito de cálcio. Os melhores resultados foram obtidos com o acelerador formiato de cálcio, reduzindo de 70 min em média para 8 min. Nos testes de estabilidade dimensional, apenas o WMTA e o GMTA com adição do nitrato/nitrito de cálcio sofreram contração; os outros grupos apresentaram expansão semelhante ao grupo controle (sem aceleradores). Variações consideráveis de temperatura foram observadas no GMTA com nitrato/nitrito de cálcio. Foi observado aumento de pH com o uso de formiato de cálcio, diminuição com nitrato/nitrito de cálcio e, com o cloreto de cálcio, não houve variação do pH.

Ber et al.<sup>53</sup> fizeram modificações químicas nos cimentos Pro-Root MTA e Portland para melhorar sua trabalhabilidade e diminuir seu tempo de presa, usando na mistura metilcelulose (1% a 3%) e cloreto de cálcio (2%). Estes agentes são comumente usados na construção civil para melhorar a plasticidade do cimento Portland. Foram avaliados o tempo de presa e a resistência à compressão. Os resultados obtidos com o MTA modificado mostraram que ele apresenta consistência

similar a do cimento de óxido de zinco e eugenol, uma resistência a compressão igual a do MTA puro e tempo de presa de aproximadamente 57 minutos.

Bortoluzzi et al.<sup>54</sup> adicionaram 10% de cloreto de cálcio ao cimento Pro-Root MTA, MTA-Angelus e ao cimento Portland, todos brancos. Ao cimento Portland foi também adicionado 20% de óxido de bismuto. Os autores estudaram a influência deste aditivo no pH e na liberação de íons cálcio. Os resultados mostraram que o acelerador promove um aumento imediato no pH e na liberação de íons cálcio e concluíram que a adição de cloreto de cálcio melhora as propriedades físico-químicas do cimento MTA.

Camilleri<sup>55</sup> testou as propriedades físico-químicas (tempo de presa, resistência a compressão, pH e solubilidade) do cimento Portland, removendo o gesso do processo de produção e adicionando óxido de bismuto. Dos resultados ele concluiu que a remoção de gesso reduz o tempo de endurecimento do material sem alterar suas propriedades físicas. A adição de óxido de bismuto reduz a resistência à compressão e aumenta a absorção de água.

Hong et al.<sup>56</sup> analisaram a microinfiltração do Pro-Root MTA e do cimento Portland com e sem cloreto de cálcio. O estudo foi feito pela análise porosimetria em um modelo de apixificação *in vitro*. Seus resultados mostraram que a presença do acelerador reduz o diâmetro dos poros no MTA e no cimento Portland, somente na fase inicial de endurecimento dos materiais (até 90 min). Não houve diferença estatística no tamanho dos poros do MTA e do cimento Portland nas medidas de 90 min e de 48 h. Diante destes resultados eles acreditam que a adição do cloreto de cálcio aos cimentos estudados pode promover uma redução na infiltração marginal.

Gandolfi et al.<sup>57</sup> testou a biocompatibilidade de 4 formulações à base de Cimento Portland, (TC, TC 1%, TCf e TCf 1%), os quais possuem na sua



composição cloreto de cálcio para acelerar o tempo de presa e um plastificante. Os testes foram feitos com odontoblastos humanos Saos-2 em cultura por 72 h, os materiais foram usados na forma sólida e com extrato dos materiais preparados em cultura. Os resultados mostraram que estes novos materiais têm adequada biocompatibilidade e concluíram que estes materiais têm potencial para ser usado como cimento endodôntico.

Gandolfi et al.<sup>58</sup> compararam um novo cimento experimental com o MTA (Pro-Root) usados como retroobturadores. Foram feitos testes de selabilidade por meio da técnica de filtração de fluido e a adaptação dos cimentos à parede de dentina foi feita por análise de réplicas em MEV. As técnicas de DRX e Espectroscopia por fluorescência de raios X (XRF) foram usadas para avaliar a estrutura do material. Não foram encontradas diferenças entre os cimentos, ambos mostraram reduzida selabilidade e boa adesividade às paredes de dentina, mostrando-se adequados para o uso como retroobturador.

De Moraes et al.<sup>59</sup> investigaram a biocompatibilidade do Cimento Portland associado a iodofórmio (20% wt/wt) comparando-o com MTA Pro-Root. Tubos de polietileno foram preenchidos com os materiais a serem testados e então foram implantados em subcutâneo de ratos; tubos vazios foram usados como controle. Após 7, 30 e 60 dias os tubos foram removidos juntamente com os tecidos adjacentes e analisados quanto a sanidade dos tecidos. Após 7 e 30 dias não houveram diferenças significativas entre os materiais, porém após 60 dias as amostras que continham cimento MTA e Portland, apresentaram maior reação inflamatória comparados ao grupo controle.

Santos et al.<sup>20,21</sup> apresentaram um novo cimento experimental com as mesmas funções do cimento MTA, também sintetizado a partir do Cimento Portland.

Neste cimento é usado um gel que dá maior plasticidade ao material. Foram estudados o tempo de presa, a expansão térmica, liberação de íons cálcio e hidroxila. Os resultados mostraram que o cimento experimental tem um tempo de presa menor que o MTA, expansão térmica próximo aos valores da dentina e, como o MTA, o cimento experimental também libera íons cálcio e hidroxila, sugerindo participação no processo de reparo tecidual.

Camilleri<sup>60</sup> testou dois cimentos experimentais (CSA e CFA) com composição química similar a do MTA. O cimento CSA era composto por 3 partes de cálcio aluminato (Lafarge Special Cements, Nottingham, UK) mais 8 parte de Cimento Portland Branco (Lafarge Asland, Valencia, Spain) e 1 parte de anidrido sintético (Lafarge Asland, Valencia, Spain). O cimento CFA era composto de cálcio flúor-aluminato (Italcementi SPA, Bergamo, Italy). Um superplastificante foi adicionado aos cimentos para melhorar a trabalhabilidade (Degussa Construction Chemicals, Manchester, UK). Foram testadas propriedades físicas e mecânicas destes cimentos, tendo como comparativo o cimento de ionômero de vidro (Ketac Molar, 3M Seefeld, Germany). Os resultados mostraram que os ambos os cimentos têm adequado tempo de endurecimento e resistência à compressão quando comparados ao cimento de ionômero de vidro, sugerindo que podem ser promissores cimentos endodônticos.

Kao et al.<sup>61</sup> examinaram as propriedades físico-químicas de um cimento experimental similar ao cimento MTA, a matriz deste cimento foi preparada com SiO<sub>2</sub> (High Pure Chemicals, Saitama, Japan), CaO (Riedel-deHaen, Steinheim, Germany) e Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (Sigma-Aldrich, St Louis, MO). Como aditivos foram usados MgO (Sigma-Aldrich), ZnO (Wako, Osaka, Japan), e Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (Showa, Tokyo, Japan). O Cimento WMTA foi usado como controle. Eles testaram o tempo de endurecimento,

variação de pH e DTS (*diametral tensile strength*). Os resultados mostraram uma queda no tempo de endurecimento que os valores de pH foram semelhantes ao do WMTA. Os autores concluíram que novos testes devem ser feitos com este novo material.

Como foi visto, desde o primeiro trabalho científico apresentado sobre o MTA até os dias atuais, muito foi estudado e discutido sobre as suas propriedades e aplicações. Atualmente, o MTA tem sido usado em várias ocorrências endodônticas, desde apixificação até pulpotomia. Entretanto, o seu uso como obturador endodôntico ainda apresenta algumas dificuldades principalmente no que diz respeito a sua viscosidade e fluidez. Este tema vem sendo muito discutido e alguns trabalhos reportam o uso deste cimento como obturador endodôntico.

Holland et al.<sup>6</sup> testaram a reação apical em dentes de cães depois de obturados com guta-percha mais Pro-Root MTA e com ionômero de vidro Ketac-Endo (ESPE Co., Seefeld, Oberbay, Germany). Os resultados do estudo mostraram que os dentes obturados com Pro-Root MTA não apresentaram reação inflamatória nos ligamentos periodontais. Nos canais principais e nos canais acessórios (são canais secundários) foi observado total fechamento do ápice por deposição de cimento. Já os obturados com Ketac-Endo apresentaram selamento parcial dos forames apicais em 40% dos casos e em 60% não houve nenhuma deposição de cimento. Os autores concluíram que ambos os materiais são biocompatíveis e que o cimento Pro-Root MTA apresentou melhores resultados na formação de tecido mineralizado.

Holland et al.<sup>8</sup> estudaram a influência do tipo de veículo e do limite das obturações nos tecidos periapicais de cães obturados com Pro-Root MTA. Os veículos utilizados foram água destilada e o propilenoglicol. Um grupo de dentes foi

obturado no limite do canal cementário e outro grupo foi sobreobturado. Os resultados mostraram que o MTA com água e com o propilenoglicol tiveram o mesmo comportamento biológico. Os canais obturados no limite do canal cementário tiveram resultados melhores que os sobreobturados e, o MTA com o veículo propilenoglicol apresentou melhor trabalhabilidade.

Vizgirda et al.<sup>22</sup> avaliaram a selabilidade do Pro-Root MTA quando usado como cimento obturador endodôntico, comparando-o com Roth 801 Sealer mais guta-percha termoplastificada e guta-percha termoplastificada sem cimento. Foram usados dentes incisivos de bovinos para o experimento. Os dentes foram obturados e permaneceram três dias imersos em uma solução de 1% de azul de metileno. Os resultados mostraram que não houve diferença estatística entre os dentes obturados com guta-percha termoplastificada e o grupo obturado com Roth 801 Sealer com guta-percha. Estes dois grupos apresentaram melhores resultados que os dentes obturados com MTA. O autor sugere que outras técnicas de aplicações do material no interior do conduto devem ser testadas para o MTA, pois inúmeros outros trabalhos mostraram melhor desempenho deste material.

Maroto et al.<sup>5</sup> utilizaram o Pro-Root MTA como cimento obturador endodôntico em incisivo permanente de paciente jovem (9 anos), com ápice aberto. O tratamento com hidróxido de cálcio não havia surtido o efeito desejado e decidiu-se então usar o MTA. Após 12 meses o dente estava assintomático e radiograficamente mostrava início de reparo da lesão apical.

Yeung et al.<sup>23</sup> avaliaram a densidade de obturações endodônticas usando MTA (Tulsa Dentsply, Tulsa, OK). Foram usados 60 blocos de acrílico, simulando canais endodonticamente preparados, os mesmos foram divididos em dois grupos, um obturado com MTA e condensação manual, o outro obturado com MTA

condensado indiretamente com ultrassom. Por meio de análise das massas das obturações os autores mostraram que neste teste a condensação com ultrassom é mais eficiente que a manual.

Al-Hezaimi et al.<sup>26</sup> avaliaram a selabilidade de dois tipos de MTA: MTA cinza (Pro-Root MTA, batch #01081581, Dentsply/Tulsa Dental) (grupo A), MTA branco (Pro-Root MTA, batch #02083090, Dentsply/Tulsa Dental) (grupo B), usados neste experimento como cimento obturador endodôntico e como comparativo foi usada a guta-percha condensada com cimento Kerr (Canal Sealer EWT (Kerr, Romulus, MI)). O teste de penetração foi feito com saliva humana e os resultados mostram que, nas condições estudadas, ambos cimentos MTA podem ser mais resistentes à penetração de saliva que a guta-percha condensada com o cimento Canal Sealer.

Boutsioukis et al.<sup>24</sup> avaliaram a remoção do cimento MTA do interior de canais radiculares usados como obturador endodôntico. Um grupo foi obturado com MTA condensado verticalmente e outro foi com MTA e guta-percha. Dois métodos de remoção foram testados: ultrassom e/ou instrumento rotatório de níquel-titânio. Os resultados sugerem que o MTA não pode ser completamente removido dos canais radiculares por nenhum dos métodos aqui avaliados.

## **3 – CONSIDERAÇÕES GERAIS**

### ***3.1 - Cimento Portland***

O cimento Portland é basicamente um pó composto por silicatos e aluminatos, este material é obtido a partir da calcinação de argila e calcário, quando misturado com água forma uma pasta que endurece e adquire elevada resistência mecânica. O uso de materiais calcinados em construções é muito antigo. No Egito antigo já se usava uma liga constituída por uma mistura de gesso calcinado. As grandes obras gregas e romanas como o Panteão e o Coliseu foram construídas com o uso de terras de origem vulcânica com propriedades de endurecimento sob a ação da água. De certa forma, esses produtos podem ter sido os precursores do cimento Portland.

A palavra cimento parece ter origem na Roma antiga onde os homens, a procura de segurança e durabilidade para as edificações, criavam diversos materiais aglomerantes que levavam o nome de “caementum”.

A origem do cimento Portland como conhecemos hoje vem da Inglaterra no ano de 1756. Durante a reconstrução do Farol de Edystone, o engenheiro John Smeaton procurava um aglomerante que endurecesse mesmo em presença de água. Em suas tentativas verificou que a mistura calcinada de calcário e argila tornava-se, depois de seca, tão resistente quanto às pedras utilizadas nas construções. Entretanto, coube ao construtor Joseph Aspdin, em 1824, patentear a descoberta, batizando-a de cimento Portland numa referência a um tipo de pedra arenosa (Portlandstone) muito usada em construções na região da Ilha de Portland, situada no sul da Inglaterra. No pedido de patente constava que o calcário era moído com argila em meio úmido até se transformar em pó impalpável. A água era

evaporada pela exposição ao sol ou por irradiação de calor através de tubos com vapor. Os blocos da mistura seca eram calcinados em fornos e depois moídos transformando-se em um pó muito fino. Em 1918, o francês Vicat obtém resultados semelhantes aos de Smeaton com a mistura de componentes argilosos e calcários. Ele é considerado o inventor do cimento artificial. Este produto ainda estava longe do cimento Portland que atualmente se conhece. Hoje ele possui proporções adequadas da mistura, do teor de seus componentes, tratamento térmico adequado e conhecimento da natureza química dos constituintes.

O cimento Portland desencadeou uma verdadeira revolução na construção civil pelo conjunto inédito de suas propriedades de moldabilidade, hidráulidade (endurecer tanto na presença do ar como da água), elevada resistência aos esforços e por ser obtido a partir de matérias-primas relativamente abundantes e disponíveis na natureza. No Brasil, a primeira tentativa de fabricação do cimento Portland aconteceu em 1888, quando o Comendador Antônio Proost Rodovalho instalou em sua fazenda, na cidade de Santo Antônio interior de São Paulo, uma pequena indústria. A Usina Rodovalho operou de 1888 a 1904 e foi extinta definitivamente em 1918.

O cimento é um material existente na forma de um pó fino com dimensões médias da ordem de 50  $\mu\text{m}$ , que resulta da mistura de clínquer com outras substâncias como o gesso ou escórias siliciosas, em quantidades que dependem do tipo de aplicação e das características procuradas para o cimento. O cimento Portland convencional é formado por aproximadamente 96% de clínquer e 4% de gesso. O clínquer, principal constituinte do cimento, é produzido por transformação térmica, a elevada temperatura, de uma mistura de material rochoso contendo aproximadamente 80% de carbonato de cálcio ( $\text{CaCO}_3$ ), 15% de dióxido de silício

(SiO<sub>2</sub>), 3% de óxido de alumínio (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), e quantidades menores de outros constituintes, tais como o ferro e enxofre. Esses materiais são normalmente extraídos de pedreiras de calcário e argila.

Atualmente existem vários tipos de Cimento Portland, cujas variações originaram-se das necessidades da construção civil e, para consegui-las, são usados aditivos que são matérias primas adicionadas ao clínquer no momento da moagem. Os aditivos são basicamente: escórias de alto forno, gesso, materiais pozolônicos e materiais carbonáticos.

Escória de alto forno: É obtida durante a produção de ferro-gusa nas siderúrgicas e dá ao Cimento Portland uma melhoria em algumas propriedades como maior durabilidade e maior resistência final.

Gesso: O gesso tem como função o controle do tempo de endurecimento, sem o qual o clinker em contato com a água endureceria quase que instantaneamente. A quantidade de gesso adicionada é por volta de 3%.

Materiais pozolônicos: São rochas vulcânicas, alguns tipos de argila queimadas a elevadas temperaturas e derivados da queima de carvão mineral nas usinas termoelétricas. Estes materiais quando pulverizados e associados ao clínquer apresentam propriedades de ligante hidráulico, esta reação ocorre porque, durante o as reações de hidratação, o clínquer libera hidróxido de cálcio que reage com a pozolana. A adição da pozolana promove uma melhor impermeabilidade ao Cimento Portland. Outros materiais pozolônicos como a cinza de casca de arroz e a sílica ativa vem sendo estudados.

Materiais carbonáticos: Estes materiais são basicamente rochas moídas constituídas de carbonato de cálcio; os grãos destas rochas ocupam espaços vazios no material, tornando o concreto mais trabalhável.



Devido à adição destes componentes, vários tipos de cimento são produzidos no Brasil atualmente:

- Cimento Portland comum;
- Cimento Portland composto;
- Cimento Portland de alto-forno;
- Cimento Portland de alta resistência inicial;
- Cimento Portland resistente aos sulfatos;
- Cimento Portland branco;
- Cimento Portland de baixo calor de hidratação;
- Cimento Portland para poços petrolíferos.

A qualidade e normas de processamento destes cimentos são regidos pela Associação Brasileira de Normas técnicas (ABNT).

### ***3.2 - Clínquer. Composição e processo de produção***

O clínquer (figuras 1a e 1b) é um material com propriedades hidráulicas que se apresenta na forma de pelotas acinzentadas ou brancas de tamanho variado, obtidas a partir de jazidas de calcário e argila.

Ele é composto basicamente por silicato dicálcio ( $2\text{CaO-SiO}_2$ ), silicato tricálcio ( $3\text{CaO-SiO}_2$ ), aluminato tricálcio ( $3\text{CaO-Al}_2\text{O}_3$ ) e ferroaluminato tetracálcio ( $4\text{CaO-Al}_2\text{O}_3\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ).



**Figura 1a**-clínquer cinza



**Figura 1b**-clínquer branco

Os calcários presentes na composição do clínquer são constituídos basicamente de carbonato de cálcio ( $\text{CaCO}_3$ ) e, dependendo da sua origem geológica, podem conter várias impurezas como magnésio, silício, alumínio ou ferro. O carbonato de cálcio é conhecido desde épocas muito remotas sob a forma de minerais, como a greda, o calcário e o mármore. O calcário é uma rocha sedimentar, sendo a terceira rocha mais abundante na crosta terrestre, perdendo somente para o xisto e o arenito. O elemento cálcio que abrange 40% de todo o calcário é o quinto mais abundante na crosta terrestre, após o oxigênio, silício, alumínio e ferro.

De acordo com o teor de Magnésio o calcário se classifica em:

- *Calcário calcítico* ( $\text{CaCO}_3$ ).

O teor de  $\text{MgO}$  varia de 0 a 4%. Devido à maior quantidade de cálcio a pedra se quebra com maior facilidade. Este calcário, também por ter menor quantidade de carbonato de magnésio, exige maior temperatura para descarbonatar.

- *Calcário magnesiano* ( $\text{MgCO}_3$ )

O teor de  $\text{MgO}$  varia de 4 a 18%. A presença de quantidade maior de carbonato de magnésio faz com que este calcário tenha características bem diferentes do calcítico. O calcário magnesiano necessita de menos calor e uma

temperatura menor para descarbonatar do que o calcítico. Ele é ideal para fabricação de cal.

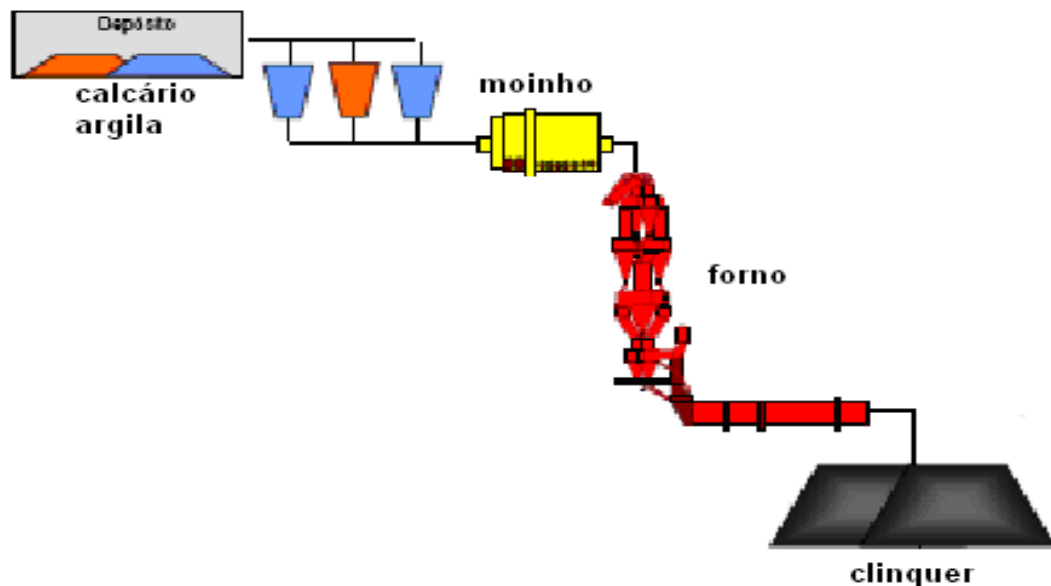
- *Calcário dolomítico* ( $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$ )

O teor de MgO é acima de 18% e por isso possui uma temperatura de descarbonatação ainda menor do que o calcário magnesiano. O uso de calcário com alto teor de MgO causa desvantagens na hidratação do cimento por provocar o aumento de volume e formação de sais solúveis que enfraquecem o concreto quando exposto a lixiviação (perda de substâncias pelo processo de lavagem).

Quanto às argilas, são silicatos complexos contendo alumínio e ferro como cátions principais, além de potássio, magnésio, sódio, cálcio, titânio e outros. A escolha da argila envolve disponibilidade e relação sílica/alumínio/ferro ( $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Fe}_2\text{O}_3$ ). Em caso de necessidade, a relação entre esses componentes pode ser corrigida empregando-se respectivamente os seguintes produtos: areia, bauxita e minério de ferro.

Para a produção industrial do clínquer, o calcário e a argila são extraídos de jazidas naturais e conduzidos até a fábrica onde sofrem o processo de britagem que reduz o tamanho das pedras. Esta pedra britada vai para a fase de mistura conhecida como pré-homogeneização. Nela, o calcário e argila são misturados numa proporção aproximada de 90% de calcário e 10% de argila, que são moídos a fim de se obter uma mistura crua para descarbonatação e clínquerização. O material cru moído passa por um processo de granulometria em peneira ABNT n<sup>o</sup>. 100 (0,150mm). A moagem é feita em moinhos de bola, onde por atrito e impacto o material é transformado em pó. Nesta fase, o pó recebe uma corrente de ar ou gás quente (~220°C), propiciando a sua secagem. O pó entra com uma umidade em torno de 5% e sai com umidade em torno de 0,9%, a uma temperatura final de 80°C.

Após este processo este material finíssimo conhecido como farinha crua é estocado em silos onde é feita a homogeneização. Posteriormente este material é lançado numa torre de ciclones onde em fluxo contrário, correm gases quentes proveniente da combustão de óleo pesado e carvão mineral ou vegetal. Neste processo a temperatura chega a aproximadamente 1400°C. Nos ciclones ocorre a separação dos gases e material sólido. Os gases são lançados na atmosfera após passarem por um filtro eletrostático onde partículas presentes no gás são precipitadas, retornando ao processo. Após passagem pelos ciclones o material entra no forno rotativo onde ocorrem as reações de clínquerização. Depois desta etapa o clínquer formado é bruscamente resfriado com ar e estocado em silos para a produção do cimento. A Figura 2 mostra resumidamente o processo de produção do clínquer.



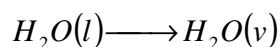
**Figura 2** - Processo de produção do clínquer

Para melhor entender o processo de clínquerização descreve-se a seguir todas suas etapas.

O processo de clínquerização segue as seguintes etapas:

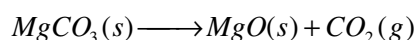
*a) Evaporação da água livre*

Ocorre em temperaturas abaixo de 100°C e no primeiro estágio de ciclones.



*b) Decomposição do carbonato de magnésio*

A decomposição da dolomita em MgO e CO<sub>2</sub> tem início em 340°C e a medida que o teor de cálcio aumenta também se eleva a temperatura de decomposição.

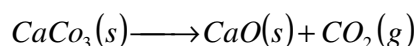


*c) Desidroxilação das argilas*

As primeiras reações de formação do clínquer iniciam-se em 550°C, com a desidroxilação da fração argilosa da farinha crua. A argila perde a água combinada que oscila entre 5% e 7%, dando origem a silicatos de alumínio e ferro altamente reativos com o CaO que está sendo liberado pela decomposição do calcário. A reação entre os óxidos liberados da argila e o calcário é lenta e, a princípio, os compostos formados contêm pouco CaO fixado. Com o aumento da temperatura a velocidade da reação aumenta e os compostos se enriquecem em CaO.

*d) Decomposição do carbonato de Cálcio*

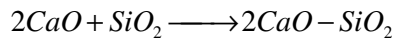
Esta reação tem início em temperatura acima de 805°C, sendo que a 894°C e 1 atm de pressão ocorre a dissociação do carbonato de cálcio puro.



Esta reação de descarbonatação é uma das principais para obtenção do clínquer e nela há um grande consumo de energia. É imprescindível que a descarbonatação esteja completa para que o material penetre na zona de alta temperatura do forno (zona de clínquerização).

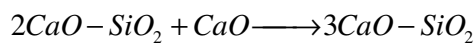
*e) Formação do 2CaO-SiO<sub>2</sub> (silicato dicálcico)*

A formação do  $2\text{CaO-SiO}_2$  tem início em temperatura de  $900^\circ\text{C}$  onde sílica livre e  $\text{CaO}$  reagem lentamente. Na presença de Ferro e Alumínio esta reação é acelerada.



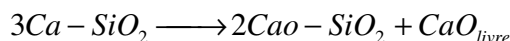
*f) Formação do  $3\text{CaO-SiO}_2$  (silicato tricálcico)*

O silicato tricálcico inicia sua formação entre  $1200^\circ\text{C}$  e  $1400^\circ\text{C}$ , cujos produtos de reação são  $3\text{CaO-SiO}_2$ ,  $2\text{CaO-SiO}_2$ ,  $3\text{CaO-Al}_2\text{O}_3$  e  $4\text{CaO-Al}_2\text{O}_3\text{-Fe}_2\text{O}_3$  e o restante de  $\text{CaO}$  não combinado.



*g) Resfriamento*

A complementação das reações de clínquerização pode ser afetada pelo resfriamento sofrido pelo clínquer. Um resfriamento lento leva a um cimento de baixa qualidade. O primeiro resfriamento ocorre dentro do forno, após o clínquer passar pela zona de máxima temperatura. Nesta etapa pode ocorrer a decomposição do  $3\text{CaO-SiO}_2$  segundo a reação:



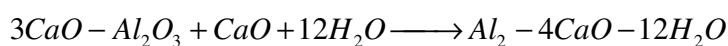
O segundo resfriamento é lento e ocorre abaixo de  $1200^\circ\text{C}$ , já no resfriador.

### **3.3 - Importância do hidróxido de cálcio nos cimentos endodônticos**

Algumas das propriedades dos cimentos seladores endodônticos, como poder antimicrobiano e formação de tecido mineralizado parecem ter relação direta com a presença de hidróxido de cálcio na sua composição. No clínquer a presença de hidróxido de cálcio está relacionada ao seu processo de hidratação. Os compostos

anidros do clínquer reagem com a água por hidrólise dando origem a numerosos compostos hidratados, dentre eles o hidróxido de cálcio. De forma abreviada são indicadas algumas das principais reações de hidratação:

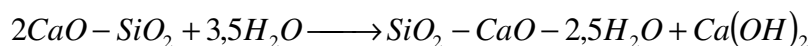
O 3CaO-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> é o primeiro a reagir:



Em seguida reage o 3CaO-SiO<sub>2</sub>:



O 2CaO-SiO<sub>2</sub> reage muito mais tarde:



O hidróxido de cálcio vem sendo utilizado na odontologia desde muito tempo. O hidróxido de cálcio tornou-se mais conhecido na década de 30<sup>62</sup> através dos trabalhos pioneiros de Hermann<sup>63,64,65</sup>. Ele introduziu uma fórmula de hidróxido de cálcio denominada Calxyl® que, apesar do pH alcalino, revelou boa tolerância tecidual. Entretanto, alguns documentos mais antigos fazem referência ao uso deste produto na odontologia, como por exemplo, Nygren<sup>66</sup> em 1838 que o utilizou no tratamento de “fístulas dentais”.

O hidróxido de cálcio foi introduzido nos Estados Unidos através dos trabalhos de Teuscher & Zander<sup>67</sup>, em 1938, e Zander<sup>68</sup>, em 1939, que demonstraram que o hidróxido de cálcio estimulava a formação de ponte de tecido duro sobre a exposição pulpar. Após a segunda Guerra Mundial, as indicações clínicas deste material foram expandidas. Este produto químico foi considerado por Garcia<sup>69</sup>, em 1983, como o melhor medicamento para se induzir a deposição de tecido duro e promover a cicatrização da polpa vital e tecidos periapicais.

Desde seu surgimento na odontologia muito tem se estudado e discutido a respeito de suas propriedades, funções e mecanismo de ação.

O hidróxido de cálcio apresenta-se como um pó branco e inodoro; é uma base forte de pH alcalino (~13), peso molecular de 74,08 g/mol e pouca solubilidade (1,2 g/litro de água, à temperatura de 25° C).

As propriedades do hidróxido de cálcio derivam de sua dissociação iônica em íons cálcio e íons hidroxila, sendo que a ação destes íons sobre os tecidos e as bactérias explica as propriedades biológicas e antimicrobianas desta substância.

Vários trabalhos relatam a importância do hidróxido de cálcio no combate às bactérias que infectam os canais radiculares durante um processo endodôntico infeccioso. Tamburic et al.<sup>70</sup> narraram que o poder antimicrobiano do hidróxido de cálcio tem relação com seu alto valor de pH. Estrela et al.<sup>71</sup> reportaram que o poder antimicrobiano do hidróxido de cálcio é devido aos altos valores de pH, que influenciam sobremaneira no transporte de nutrientes e componentes orgânicos através da membrana citoplasmática das bactérias, inibindo atividades enzimáticas necessárias a vida destes organismos. Siqueira et al.<sup>72</sup> relataram em seu estudo a influência de diferentes veículos no efeito antimicrobiano do hidróxido de cálcio e o elevado poder bactericida que este composto confere aos medicamentos usados como curativo intracanal. Estrela et al.<sup>29</sup> mostraram que o hidróxido de cálcio tem maior poder antimicrobiano quando comparado ao MTA, Cimento Portland, Sealapex e Dycal. Vários outros trabalhos, como exemplo Fisher<sup>73</sup>, DiFore et al.<sup>74</sup>, Forsten e Soderling<sup>75</sup>, Lado et al.<sup>76</sup>, MacComb e Ericson<sup>77</sup>, também investigaram a ação antimicrobiana do hidróxido de cálcio.

Com relação à propriedade que o hidróxido de cálcio possui de induzir a formação de tecido mineralizado, Da Silva et al.<sup>78</sup> relataram que uma das propriedades importantes dos cimentos endodônticos é induzir um selamento



biológico e a tendência de uso dos cimentos que possuam hidróxido de cálcio para se obter melhores resultados.

Segundo Holland et al.<sup>79</sup>, do ponto de vista histológico, o reparo ideal de uma comunicação entre o meio interno e externo dos dentes seria a formação de um tecido mineralizado promovendo um selamento biológico. O hidróxido de cálcio em contato direto com os tecidos pulparem ou periapicais teria participação ativa neste processo, pois, a partir dos íons cálcio liberados por ele, ocorreria a formação de granulações de calcita, as quais iniciariam o processo de indução à formação de tecido mineralizado.

Holland et al.<sup>80</sup> reportaram que após se implantar tubos de dentina contendo MTA e hidróxido de cálcio no tecido subcutâneo de ratos, observou-se histologicamente que em ambos os casos ocorreu o aparecimento de granulações de calcita e formação de ponte de tecido mineralizado nos tecidos adjacentes aos implantes. Com isso concluíram que o mecanismo de ação do cimento MTA e do hidróxido de cálcio são os mesmos com relação ao aparecimento de calcita e, conseqüentemente, a formação de ponte de tecido mineralizado seria devido à presença de hidróxido de cálcio no cimento MTA.

A presença destas granulações de calcita também foi observada por Holland et al.<sup>81</sup> quando implantaram em subcutâneo de ratos tubos de dentina preenchidos com diversos materiais que possuem hidróxido de cálcio na sua composição (MTA, Sealapex, CRCS, Sealer 26<sup>®</sup> e Sealer plus). Após o tempo pré-determinado, os animais foram sacrificados e a região do implante foi analisada histologicamente, mostrando a presença de granulações de calcita e ponte de tecido mineralizado; somente o cimento CRCS não apresentou este processo de reparo. Este cimento

apesar de liberar íons cálcio, não promoveria formação de barreira porque seus íons reagiriam imediatamente com o eugenol do material, formando eugenolato de cálcio.

Os trabalhos de Souza et al.<sup>82</sup> e de Holland et al.<sup>83,84,85</sup> também mostraram a presença de granulações de calcita em tecido conjuntivo subcutâneo de ratos em experimentos utilizando materiais à base de hidróxido de cálcio. Aeinehchi. et al.<sup>86</sup>, notaram a presença de ponte de tecido mineralizado utilizando MTA e hidróxido de cálcio em capeamento pulpar de dentes humanos.

### ***3.4 - Mecanismo de ação do hidróxido de cálcio***

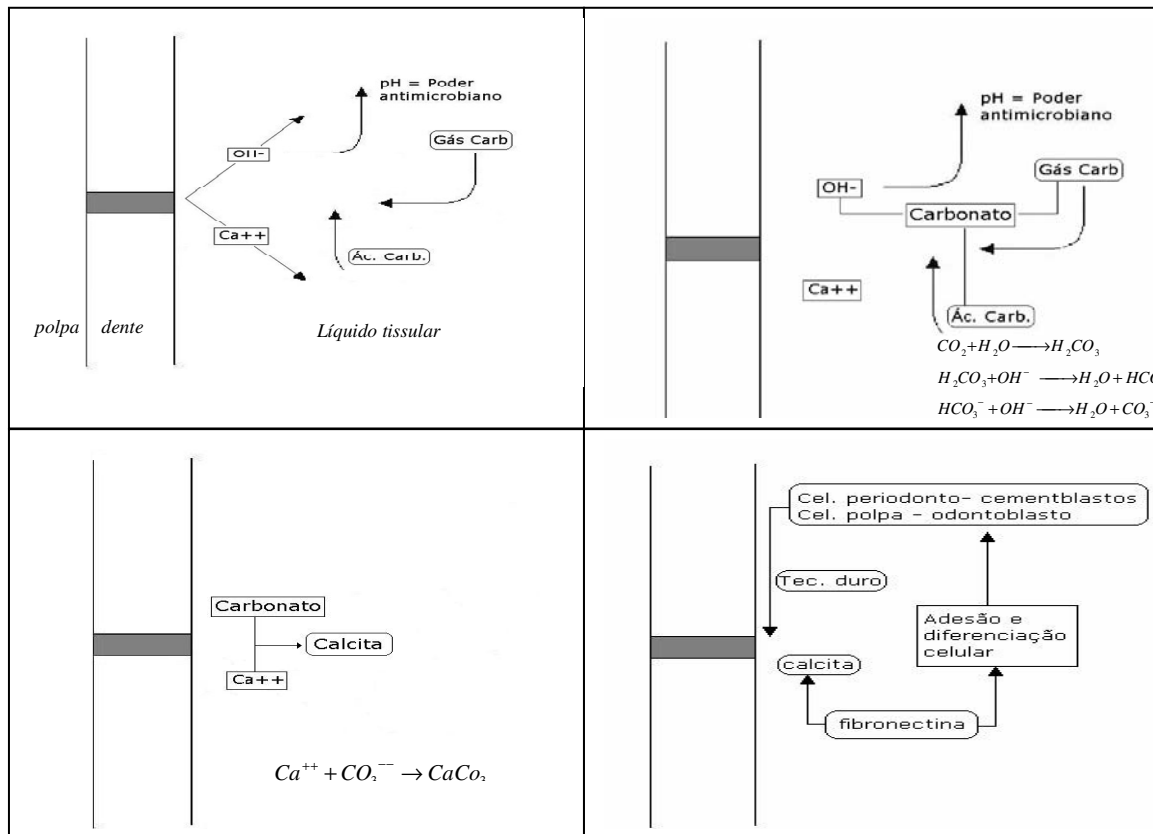
O mecanismo de ação do hidróxido de cálcio no processo de reparo tecidual ainda é um pouco controverso, tudo indica que se inicia quando este composto em contato com meio aquoso se dissocia em íons  $\text{Ca}^{2+}$  e íons  $\text{OH}^-$ .

A ação antimicrobiana é promovida pela elevação do pH, causada pela liberação dos íons hidroxila<sup>71</sup>. Segundo Estrela C.<sup>87</sup>, os íons hidroxila são radicais livres altamente oxidantes e extremamente reativos, que se ligam a biomoléculas próximas de onde o hidróxido de cálcio foi aplicado. Seu poder antimicrobiano se dá devido à indução da perda de integridade da membrana citoplasmática, inativação das enzimas envolvidas no metabolismo e ao dano no DNA das bactérias. A membrana citoplasmática está relacionada com o metabolismo, crescimento e divisão celular, além de participar da formação da parede celular, produção de lipídeos, transporte de elétrons, etc. Com a elevação do pH, pode ocorrer uma inativação das enzimas que participam dos processos do metabolismo desta membrana. Além disso, este aumento pode atuar na ionização de grupos de proteínas, desconfigurando e alterando suas atividades. Esta série de fatores faz com que o aumento de pH seja extremamente letal às bactérias presentes nas infecções endodônticas.

Com relação à formação de tecido mineralizado, Holland et al.<sup>83</sup> acreditam que esta propriedade está relacionada à liberação de íons cálcio do hidróxido de cálcio. Estes íons em contato com o gás carbônico e ácido carbônico, oriundos dos tecidos, reagiriam quimicamente produzindo grânulos de calcita. Junto a estas granulações ocorre o acúmulo de fibronectina que é uma glicoproteína encontrada nos tecidos. Ela é sintetizada pelos fibroblastos e células endoteliais e está envolvida com a adesão, migração, diferenciação e crescimento celular. Esta glicoproteína permitiria a adesão e diferenciação celular, promovendo então a formação de tecido duro. O dióxido de carbono, que se solubiliza e é difundido no sangue e líquidos intersticiais, é resultado do catabolismo de nossas células,

Quando um material que possui hidróxido de cálcio entra em contato com os tecidos, ocorre um aumento do pH devido à liberação dos íons hidroxila. Para que ocorra um reequilíbrio deste pH, o dióxido de carbono ( $\text{CO}_2$ ) e o ácido carbônico ( $\text{H}_2\text{CO}_3$ ), presentes no meio, reagem com os íons hidroxila, aumentando a concentração de íons  $\text{CO}_3^{-2}$ , que reagirão com os íons cálcio ( $\text{Ca}^{+2}$ ), dando origem ao carbonato de cálcio ( $\text{CaCO}_3$ ), que são as granulações de calcita<sup>83</sup>.

Confirmando os estudos anteriores, Seaux et al.<sup>88</sup> mostraram *in vitro* a tendência de afinidade entre a fibronectina e as granulações de calcita. A fibronectina promoveria a diferenciação de células pulpares em odontoblastos e células do periodonto em cementoblastos, promovendo assim deposição de tecido mineralizado. A Figura 3 mostra esquematicamente o mecanismo de ação do hidróxido de cálcio.



**Figura 3** - Diagrama esquemático do mecanismo de ação do  $\text{Ca(OH)}_2$

Segundo Holland et al.<sup>79</sup>, quando se aplica hidróxido de cálcio sobre o tecido pulpar ocorre a formação de algumas áreas distintas: zona de necrose, causada pela desnaturação das proteínas do tecido pulpar; zona granulosa superficial, constituída por granulações de carbonato de cálcio; zona granulosa profunda, onde aparecem finas granulações de sais de cálcio. Com o passar do tempo, entre 2 h e 48 h, as granulações de carbonato de cálcio aumentam em número e tamanho. Acredita-se que com a desnaturação protéica ocorra uma liberação de radicais ativos que atrairiam, eletrostaticamente, sais de cálcio para a região, precipitando-os na zona granulosa profunda. Devido ao aumento da densidade nesta área o metabolismo dos elementos celulares ali presentes ficaria comprometido e a massa calcificada se englobaria. Abaixo da zona granulosa profunda, também aparecem

numerosas células jovens em proliferação. Após uma semana percebe-se a presença de odontoblastos jovens e, ao trigésimo dia, o reparo está completo, com a presença de dentina, pré-dentina e camada odontoblástica organizada. A ponte de tecido duro é formada por três camadas distintas: granulação de carbonato de cálcio, área de calcificação distrófica e no caso de tecido pulpar, dentina.

### ***3.5 - Tempo de presa***

Tempo de presa é o tempo que o material odontológico leva desde a sua espatulação até o endurecimento; é um parâmetro importante na odontologia, pois fornece dados que indicam o intervalo de tempo que o clínico terá disponível para realizar uma intervenção. Fatores como temperatura, relação pó/líquido e granulometria podem alterar o tempo de presa de um material, estudos atuais sobre tempo de endurecimento mostram que o meio ambiente e pH também podem alterar esta propriedade<sup>89,90,91</sup>.

Cada material deve ter um tempo de presa adequado à sua aplicação, não devendo ser tão longo que prejudique a conclusão da conduta clínica e nem tão curto que não permita finalizar o trabalho adequadamente.

No caso de cimentos obturadores endodônticos, um tempo de presa longo pode ser uma vantagem por facilitar a aplicação do material no interior do canal e se necessário sua remoção logo após a aplicação. Por outro lado, com um endurecimento lento pode ocorrer deterioração do cimento favorecendo a penetração de agentes irritantes e liberação de possíveis produtos tóxicos.

### **3.6 - Adesividade**

Um dos principais fatores que pautam o sucesso do tratamento endodôntico é o selamento hermético do sistema de canais radiculares.

Leonardo et al<sup>92</sup> relataram que a obturação endodôntica deve preencher toda a extensão do canal radicular com um material inerte e anti-séptico obtendo um selamento hermético. Para que atinja seus objetivos estes materiais devem apresentar uma boa adesividade às paredes do canal. Portanto, durante a caracterização de um material a análise da adesividade se faz imprescindível.

A adesividade é uma propriedade importante porque promove a união da dentina à guta-percha, além disso, a aderência do material às paredes de dentina minimiza os riscos de falhas na obturação onde microorganismos poderiam se instalar. Outro ponto importante é que adesividade dos cimentos obturadores diminui os riscos de movimentação da obturação durante os procedimentos restauradores<sup>93</sup>.

Existem metodologias diversas para se avaliar a adesividade<sup>94,95</sup>, neste trabalho, a adesão foi investigada através de ensaios mecânicos pela técnica de *push-out*<sup>96</sup>.

Este método foi introduzido na odontologia em 1970<sup>97</sup> e testa, por meio de cisalhamento por extrusão, a adesividade de um material. Nele, uma força é aplicada no sentido do longo eixo da amostra, promovendo a ruptura da união entre o material e a dentina, como mostra a Figura 4.

Uma das características deste método é que ele promove o deslizamento do material a ser testado paralelamente à dentina, promovendo verdadeiramente uma ruptura por cisalhamento. Por outro lado, uma das dificuldades do método é garantir o paralelismo das paredes de dentina de forma que a força seja aplicada na direção

do longo eixo, ou seja, na direção paralela à interface dentina-material. Neste sentido, nós desenvolvemos um dispositivo cujos detalhes serão apresentados no capítulo 4.

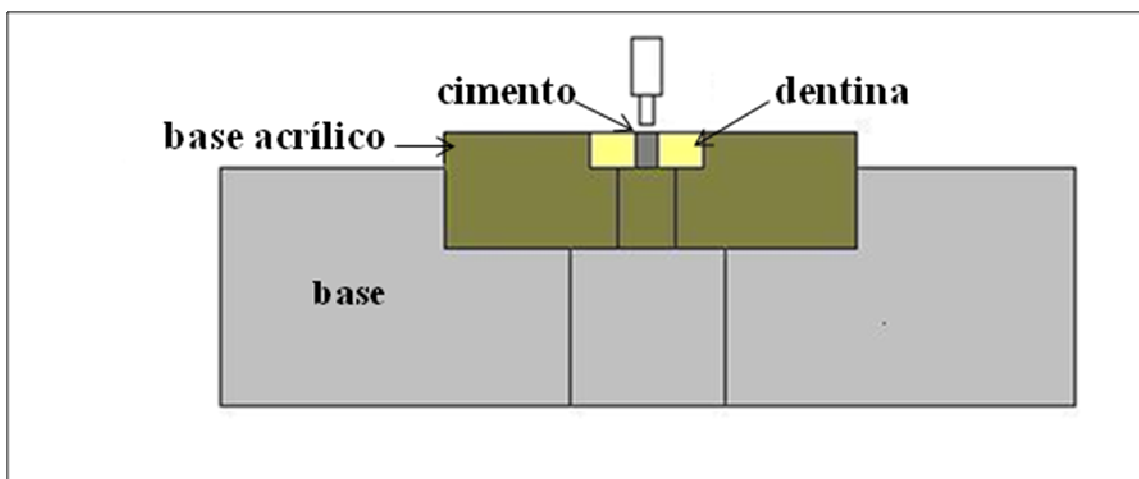


Figura 4- Dispositivo usado para metodologia *push-out*

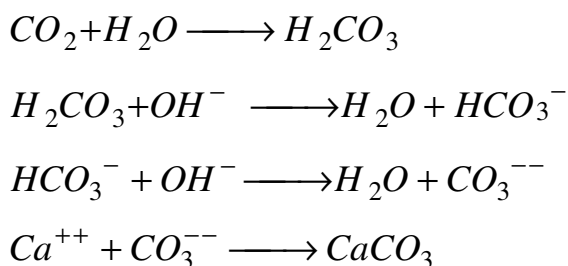
### 3.7 - Solubilidade

O uso clínico dos cimentos obturadores endodônticos, promove um íntimo contato destes materiais com líquidos, podendo os mesmos sofrer solubilização.

A solubilidade pode ser conceituada como a capacidade de um composto dissolver-se num líquido. Alguns fatores como temperatura, pressão e pH podem interferir na solubilidade de um material.

Durante a solubilização pode ocorrer a formação de poros prejudicando a selabilidade destes compostos, além disso pode haver liberação de produtos tóxicos ao organismo, portanto a baixa solubilidade é uma das características que estes materiais devem apresentar. Por outro lado, um material que possua hidróxido de cálcio na sua composição pode liberar este composto durante a solubilização<sup>41</sup>.

Isto nos leva a crer que a solubilidade de um obturador endodôntico, quando este possui  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ , pode estar relacionada com sua participação no processo de reparo tecidual. Como reportado anteriormente, os cimentos liberam íons cálcio e hidroxila quando em contato com meio aquoso<sup>88</sup>, podendo promover as reações a seguir:



O ácido carbônico e gás carbônico, provenientes dos tecidos, reagiriam com o íon hidroxila proveniente da dissociação do hidróxido de cálcio. O produto desta reação seria o íon carbonato que formaria o carbonato de cálcio (responsável pela formação de tecido mineralizado) a partir da reação com o íon cálcio proveniente da dissociação do hidróxido de cálcio.

Diante disso, podemos concluir que quanto mais solúvel for um cimento obturador (a base de hidróxido de cálcio), maior concentração de íons  $\text{Ca}^{++}$  e  $\text{OH}^-$ , serão liberados, auxiliando assim o processo de reparo, porém, esta solubilização deve ser controlada pois poderia prejudicar o selamento apical.

Pela norma 57 da ANSI/ADA a solubilidade de um cimento odontológico é calculada em porcentagem, não podendo exceder a 3% em massa e a amostra não deve apresentar sinais de desintegração.

Desta forma, o estudo da solubilidade é fundamental para a caracterização dos materiais por fornecer um indicativo da quantidade e por permitir, através da análise química, a determinação dos produtos de solubilização.



### **3.8 - Filtração de fluido**

O sucesso do tratamento endodôntico se deve entre outros fatores ao selamento hermético do sistema de canais radiculares. Este selamento está relacionado às propriedades de selabilidade do material escolhido. Deficiências no selamento podem promover o surgimento de *gaps*, poros e capilares, os quais podem facilitar o transporte de bactérias e toxinas do meio bucal para a região periapical, promovendo o insucesso clínico.

Vários métodos são utilizados para testes de selabilidade entre eles penetração de corante<sup>98</sup>, análise com microscopia eletrônica de varredura MEV<sup>99</sup>, penetração com cepas de bactérias<sup>100</sup>, entre outros. Neste trabalho foi utilizada a técnica de filtração de fluido.

Este método é um sistema hidráulico de medição de permeabilidade e foi primeiramente descrito por Pashley et al<sup>101</sup>. Uma das vantagens do método é a preservação da amostra por não ser um método destrutivo. Nele um sistema de capilares é montado e acoplado à amostra, um fluido sob pressão provocando o deslocamento de uma bolha; a permeabilidade do material é determinada a partir do deslocamento desta bolha. Este método foi primeiramente sugerido para se estudar a permeabilidade da dentina, posteriormente em 1993 Wu et al<sup>102</sup> utilizaram o método para testes com cimentos endodônticos.

### **3.9 - Espectroscopia de absorção atômica**

A técnica de absorção atômica fundamenta-se na medida da intensidade de radiação absorvida por átomos de um elemento, no estado fundamental em altas temperaturas e no comprimento de onda da linha de ressonância.

Sabe-se que todo elemento tem um número específico de elétrons associados ao núcleo atômico. No estado fundamental estes elétrons ocupam estados de menor energia (configuração mais estável). Quando estes elétrons recebem energia, tendem a “saltar” para camadas mais externas. Nesta nova configuração diz-se que o átomo está no estado excitado. Para que um elétron “salte” de uma camada mais interna para uma mais externa, é necessário que o átomo absorva um fóton de comprimento de onda específico. É neste processo de absorção que a técnica de medidas de absorção atômica se baseia. A seletividade é uma das principais vantagens desta técnica, pois, com a especificidade de cada elemento com relação ao comprimento de onda para sua excitação, é possível quantificar um elemento químico em uma amostra medindo-se a quantidade de absorção ocorrida.

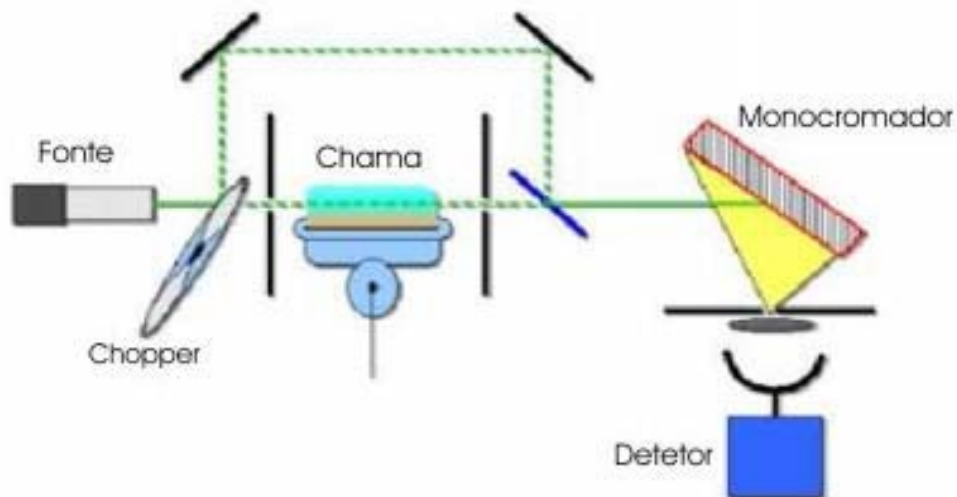
A fonte de radiação mais comumente empregada em espectrofotometria de absorção atômica é a lâmpada de cátodo oco (LCO). A LCO tem um cátodo emissor do mesmo elemento químico que aquele que se deseja determinar e quantificar. O cátodo tem a forma de um cilindro e os eletrodos estão num bulbo de vidro de borossilicato ou quartzo, com um gás inerte (neônio ou argônio), na pressão aproximada de 5 Torr. A aplicação de um potencial elevado entre os eletrodos provoca uma descarga que forma íons do gás nobre. Estes íons são acelerados em direção ao cátodo e na colisão excitam os átomos do cátodo provocando emissão de fótons de comprimentos de ondas bem definidos.

A técnica não se restringe apenas a soluções aquosas e, em alguns casos, o emprego de solventes orgânicos puros ou misturados com água é bastante vantajoso. Além disso, a técnica permite que as medidas sejam efetuadas diretamente na solução, eliminando etapas preliminares e demoradas como

separações químicas dos constituintes, melhorando com isto a confiabilidade do procedimento.

As montagens básicas de um espectrofotômetro de absorção atômica são mostradas na Figura 5, e o seu funcionamento depende de:

- Uma fonte estável de luz, emitindo linhas de ressonância do elemento a ser determinado e quantificado;
- Um dispositivo onde possa ser gerado o vapor atômico (atomização da amostra) que em geral é uma chama ou um dispositivo eletrotérmico;
- Um monocromador para selecionar uma linha de ressonância apropriada;
- Um elemento de detecção (fotomultiplicadora) para medir a intensidade da energia luminosa e, dispositivos para a amplificação e registro do sinal.



**Figura 5** - Diagrama esquemático do espectrofotômetro de absorção atômica.

Para que o processo de medição ocorra, a amostra deve ser atomizada por nebulização no atomizador (chama). Esta etapa é a mais crítica do processo, onde a amostra é aspirada devido à queda de pressão causada por um fluxo de gás oxidante (ar ou  $N_2O$ ), sendo então introduzida em alta velocidade através de um

orifício capilar, em uma câmara contendo obstáculos. Isso permite que apenas a névoa mais fina (no máximo 10% da amostra aspirada) atinja a chama, eliminando o restante por um dreno.

As linhas atômicas características de cada elemento geradas pelas lâmpadas de cátodo oco são na verdade bandas muito estreitas, que precisam ser eficientemente selecionadas para que o fenômeno de absorção atômica possa ser usado analiticamente. A seleção dessas linhas atômicas, de comprimentos de onda bem definidos, é feita pelo monocromador, que contém geralmente uma grade de difração como elemento de dispersão da radiação.

O detector utilizado é uma célula fotomultiplicadora, cujas intensidades das radiações recebidas são enviadas para o microcomputador, que fornece o valor da concentração em ppm.

### **3.10 - Dureza**

A dureza é uma propriedade mecânica definida como a resistência da superfície de um material à penetração de outro material. Os ensaios de dureza são amplamente utilizados na caracterização de materiais e no estudo de propriedades mecânicas. Dentre as técnicas existentes os ensaios de dureza por penetração ou por indentação são os mais utilizados e citados nas especificações técnicas. Estes ensaios baseiam-se em produzir deformação permanente na superfície de um material usando um penetrador ou *indentor*, o qual é forçado contra a superfície do material testado sob condições controladas de carga e taxa de aplicação.

A dureza pode ser definida como a razão entre a carga e a área superficial da impressão permanente provocada na superfície do material (Equação 1)

$$Dureza = \frac{c\ arga}{\underset{superfície-impressa}{\text{área}}} \quad (1)$$

A carga e a forma do penetrador variam para cada tipo de ensaio. Conseqüentemente, cada tipo de ensaio gera uma figura característica, impressa pelo penetrador na superfície da amostra. Na odontologia os testes mais utilizados são os de micro-dureza Knoop (HK) e o Vickers (HV). A diferença básica entre os dois está na ponta do penetrador. No teste de dureza Knoop, a ponta do penetrador tem a forma piramidal de base alongada. O número da dureza Knoop é uma função da carga aplicada (P) e da diagonal maior (l) da base da pirâmide alongada impressa na superfície do material, conforme a Equação 2 abaixo:

$$HK = \frac{14,2P}{l^2} \quad (2)$$

Neste trabalho foi usada a dureza Vickers (HV), que tem como penetrador uma pirâmide de diamante de base quadrada e com um ângulo de 136° entre faces opostas. Durante os ensaios, a carga pode variar de 5 a 100 Kgf e é mantida constante por um tempo específico entre 10 e 30 s. O indentor de Vickers, como mostra a Figura 6, é pressionado na amostra deixando uma base quadrada em sua superfície.

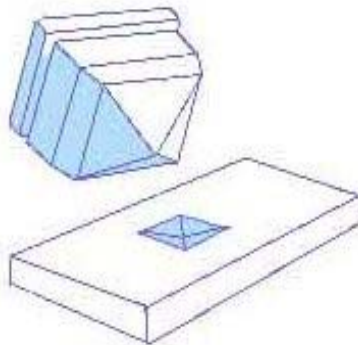


Figura 6 – Área impressa na superfície do material com o indentor vickers

O número da dureza Vickers é uma função da carga aplicada (P) e da diagonal (d) da base quadrada da impressão na superfície do material, conforme a Equação 3 abaixo:

$$HV = \frac{2P \operatorname{sen} \frac{136}{2}}{d^2} = \frac{1,854P}{d^2} \quad (3)$$

Como a carga é dada em N ou Kgf e a diagonal em mm, a dimensão da dureza Vickers é N/mm<sup>2</sup> ou Kgf/mm<sup>2</sup>.

## 4 - MATERIAIS E MÉTODOS

Todas as espécies utilizadas neste trabalho foram preparadas usando as seguintes proporções de pó/líquido: 0,35g de pó para 0,21 g de líquido para o Sealer 26<sup>®</sup> (conforme orientação do fabricante); 0,25g de pó para 0,30g de líquido para o CEOE.

Os resultados obtidos foram submetidos análise de variância pelo teste F e teste de Tukey a 5% para comparação das médias.

Todos os dentes utilizados neste trabalho foram cedidos pelo banco de dentes da Universidade de São Paulo, sob aprovação do Coordenador do BDH-FOUSP-SP, Professor Sérgio Brossi Botta (ver carta do anexo nº1). Apesar dos dentes estarem devidamente armazenados no BDH, antes da utilização dos mesmos nos experimentos aqui desenvolvidos, os dentes permaneceram estocados por um mês a 4°C.

### ***4.1 - Tempo de presa.***

As medidas de tempo de presa foram feitas de acordo com a especificação nº 57 da ANSI/ADA<sup>103</sup>. Portanto, foram preparadas três espécies de cada material utilizando-se um anel de aço inoxidável de 10 mm de diâmetro interno e 2 mm de espessura. A mistura pó/líquido foi manipulada com espátula de aço inox sobre uma placa de vidro. Os anéis de aço foram então preenchidos com os cimentos até a borda superior, estando os mesmos sobre uma lâmina de microscópico de 26 X 76 X 2 mm para obtenção de uma superfície plana (Fig. 7). Todo o preparo das amostras foi feito em ambiente com temperatura próxima de 25°C.

O conjunto formado pela lâmina de vidro e amostra foi então imediatamente levado a uma cabine com temperatura de  $(37\pm 1)$  °C e umidade relativa (UR) entre 95% e 100% (Fig. 8), a amostra foi depositada sobre um bloco de metal onde permaneceu durante todo o procedimento.



**Figura 7** - Preparação de amostras

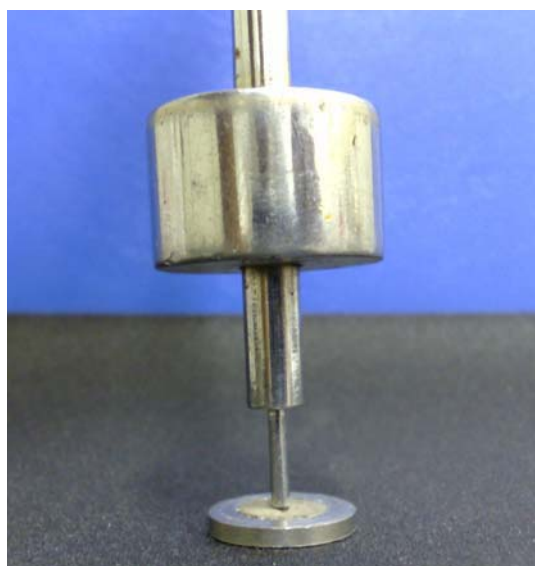


**Figura 8** - Cabine com  $(37\pm 1)$  °C e UR 95-100%

O controle do processo de endurecimento foi feito com uma agulha de Gilmore com massa de 100 gramas e extremidade achatada de 2 mm de diâmetro. Como o tempo de presa dos dois cimentos testados é longo, para o CEOE os testes se iniciaram após 32 h e para o Sealer 26<sup>®</sup> após 49 h do início da espatulação. A agulha foi então baixada verticalmente sobre a superfície da amostra, repetindo-se este procedimento em intervalos de 30 min para ambos os materiais, até que a agulha não mais deixasse marcas na superfície (Fig. 9). A agulha foi limpa com papel absorvente após cada contato. Os valores médios foram calculados e considerados como o tempo de presa do material.

Ressalta-se que pela norma basta a preparação somente de três amostras, porém os valores do tempo de presa entre elas não podem ultrapassar 5%.





**Figura 9** - Foto ilustrando como se realiza a medida de tempo de presa.

## ***4.2 - Liberação de íons***

No estudo de liberação de íons foram avaliados o pH, condutividade e liberação de íons cálcio numa solução aquosa que conteve por determinados períodos de tempo as amostras dos dois cimentos obturadores. A condutividade foi avaliada para assegurar que os íons cálcio observados na solução aquosa estavam na forma iônica.

A metodologia adotada neste trabalho foi a mesma sugerida por Brandão<sup>104</sup>, com algumas modificações, por entender que ela se aproxima mais do que ocorre no meio bucal.

Nesta metodologia foram utilizados tubos de polietileno com 1 mm de diâmetro interno e 10 mm de comprimento, os quais foram preenchidos com os cimentos a serem analisados. O preenchimento foi feito com a ajuda de um compactador de MacSpaddem adaptado a um motor de baixa rotação (Fig. 10); os excessos foram removidos com a ajuda de gaze esterilizada. Para cada cimento

foram preparadas dez espécies, preparadas em uma sala climatizada com temperatura aproximada de 25°C.



**Figura 10** – Preparo das amostras para estudo de liberação de íons

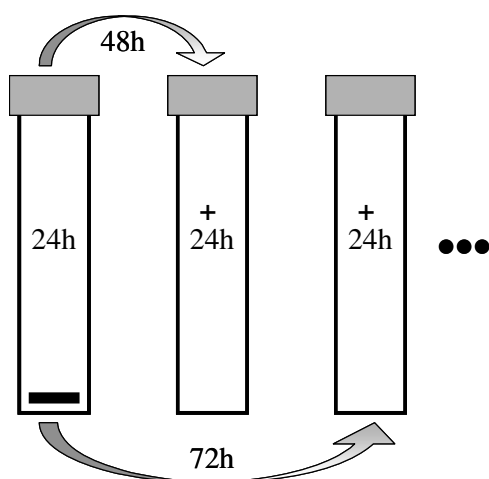
Para controlar a massa inserida, os tubos foram pesados em uma balança analítica antes e depois do preenchimento. Para padronização da massa de material incluída no interior do tubo, todos que apresentaram valores muito diferentes dos demais foram substituídos.

Estes corpos de prova foram imersas individualmente em tubos de ensaio de tampas rosqueáveis contendo 10 ml de água deionizada. Os valores de pH, condutividade e concentração de íons cálcio da água deionizada foram previamente medidos confirmando sua neutralidade. O conjunto foi então levado a uma cabine com temperatura de  $37 \pm 1^\circ\text{C}$  e umidade relativa entre 95-100%, onde foram mantidos por 24h.

Após este tempo, cada corpo de prova foi retirada do frasco que a continha e transportada para outro frasco contendo 10 mL de água deionizada. Nesta nova

solução, cada amostra foi mantida por mais 24 h, totalizando 48 h de contato com meio aquoso. Este processo foi repetido até o tempo de 120 h (figura 11).

Os frascos com água deionizada, antes de receberem as amostras, foram mantidos por 24 h nas mesmas condições de temperatura e umidade.



**Figura 11** - Metodologia utilizada para preparação de soluções para medidas de pH, condutividade e liberação de íons  $\text{Ca}^{104}$ .

A cada período, previamente estabelecido para as trocas, as soluções aquosas foram transferidas para um béquer de 5 mL para medir seu pH utilizando um pHmetro QUIMIS, modelo Q-400. Para a calibração do aparelho foram usadas soluções de pH 4.0 e 7.0. Cuidados foram tomados com relação ao eletrodo e aos béqueres utilizados na medição. Para cada amostra, ambos eram lavados abundantemente com água deionizada e, em seguida, secos com papel absorvente.

As medidas de condutividade foram feitas com um condutivímetro DIGIMED, modelo CD20, que foi calibrado com um padrão de cálcio de 1.412 mS/cm à 25°C. Durante as medidas o béquer e o eletrodo foram cuidadosamente lavados com água deionizada e secos com papel absorvente.

As medidas de liberação de íons cálcio foram realizadas em um espectrômetro VARIAN, modelo SPECTRAA 55 B, utilizando-se a linha de emissão mais intensa do

cálcio, de 422,7 nm. Para eliminar interferências que mascaram a quantidade de  $\text{Ca}^{+2}$  na solução analisada foram utilizados 19 mL de óxido de Lantânio em 1 mL de solução. O combustível usado para a chama foi o ar-acetileno.

Para que o espectrômetro forneça os valores da concentração de íons cálcio na solução, foi levantada uma curva de calibração utilizando-se padrões de cálcio com concentrações de 0, 1, 2, 3, 4, e 5 ppm. Os valores obtidos variam de acordo com a concentração e obedecem a lei de Beer, definida pela Equação 4.

$$A = klc \quad (4)$$

onde  $A$  é a absorvância,  $k$  a absorvidade (para um dado comprimento de onda, característico da espécie),  $l$  é o percurso ótico, no caso a largura da chama e,  $c$  é a concentração da espécie.

A cada dez leituras, uma nova calibração do aparelho era feita com uma solução de cálcio de concentração conhecida.

### **4.3 - Adesividade**

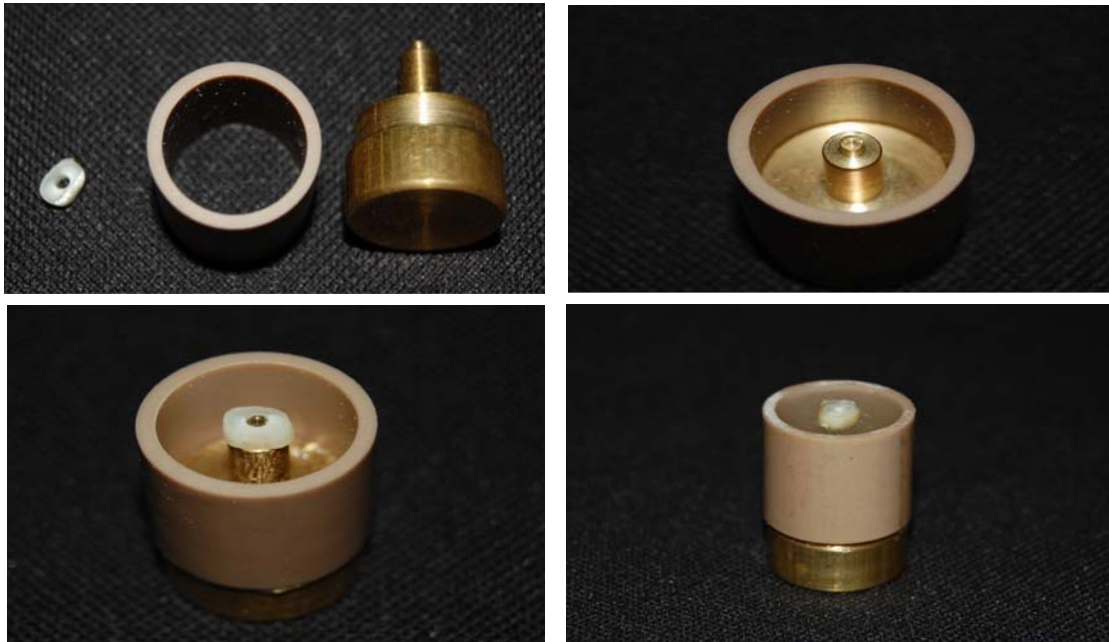
A adesão do material à dentina foi investigada por meio de ensaios mecânicos pela metodologia *push-out*<sup>96</sup>, para tanto, foram preparadas 10 espécies para cada cimento, seguindo a seguinte metodologia: vinte dentes humanos incisivos centrais superiores permanentes tiveram suas coroas seccionadas na altura da junção cimento-esmalte. Das raízes remanescentes, foram seccionados, perpendicularmente ao eixo longitudinal do dente, fatias de dentina com espessura de 2 mm (Figura 12).



**Figura 12-** Preparação dos anéis de dentina

Estas fatias foram perfuradas na região central com uma broca de 1,57mm de diâmetro e posteriormente embutidas com resina acrílica em moldes de PVC de 20 mm de diâmetro e 12 mm de comprimento (figura 13).

Para embutir os anéis nos tubos de PVC, foi usado um dispositivo cuja principal função foi assegurar o paralelismo das paredes de dentina. As paredes de dentina foram então lavadas abundantemente com solução fisiológica e as perfurações foram preenchidas com os cimentos a serem testados com o auxílio de uma sonda exploradora. Foi feito um selamento com cera na parte inferior da perfuração para evitar o escoamento do material.



13 - embutimento dos anéis de dentina.

Os corpos de prova foram então levados a cabine com temperatura e umidade controlada ( $37^{\circ}\text{C}$  e 95%, respectivamente), por um tempo 3 vezes superior ao seu tempo de presa. Após este período, foram posicionados num dispositivo de aço previamente preparado com uma cavidade circular na qual o cilindro de PVC se ajustava perfeitamente. No centro deste dispositivo, havia uma perfuração de 12 mm de diâmetro que coincidia com a perfuração do anel de dentina.

Os ensaios foram realizados em uma Máquina de Ensaio Universal EMIC, modelo DL 3000, com célula de carga de 200 Kgf, configurada com velocidade de 5 mm/min. Uma ferramenta de aço, cilíndrica, previamente preparada com 20 mm de comprimento e 1,4 mm de diâmetro, foi posicionada sobre o cimento a ser testada realizando-se assim o ensaio (Fig. 14).



**Figura 14** – Ensaio de *push-out*

Os valores obtidos de força de ruptura em Kgf foram convertidos em adesividade (MPa), segundo a seguinte equação:

$$A = \frac{g F}{2\pi r h} \quad (5)$$

onde  $F$  é a força aplicada em Kgf,  $r$  e  $h$  são o raio e a altura da amostra, respectivamente. O valor da aceleração da gravidade ( $g$ ) foi adotado como sendo  $9,78 \text{ m/s}^2$ .

#### **4.4 - Dureza**

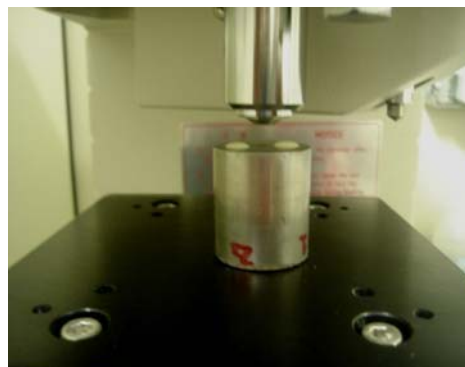
Para o ensaio de dureza foram utilizadas quatro espécies de cada material. As espécies foram coladas em um cilindro de aço com cera de abelha (Fig. 15a) e lixadas com lixa 600 para obtenção de superfícies planas e paralelas. Após o

preparo, as amostras foram posicionadas no microdurometro (Fig. 15a e 15b) e 15 indentações foram feitas em cada espécie, procurando variar as regiões para se obter um valor médio levando em conta toda a superfície da espécie. Das quinze indentações, foram utilizados os 10 valores mais coerentes (valores das diagonais mais próximas) para análise estatística.

O teste foi feito com um micro-durômetro HMV 2000, da marca Shimadzu, equipado com um penetrador com ponta de diamante para teste de dureza Vickers, utilizando carga de 1,961N por 15 segundos.



**Figura 15a-** Amostra de microdureza



**Figura 15b-** amostra posicionada no microdurometro

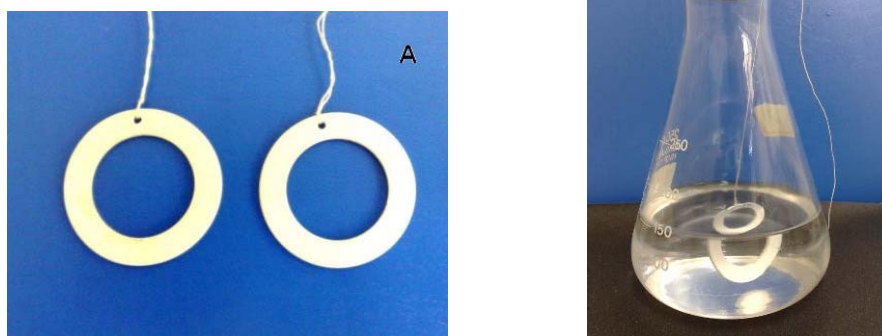
#### ***4.5 - Solubilidade***

A solubilidade foi medida de acordo com a especificação nº 57 da ANSI/ADA. Foram preparadas duas amostras de cada cimento, utilizando anéis de PVC de 1,5 mm de espessura e 20 mm de diâmetro (Fig. 16 A). Os corpos de prova (anéis preenchidos com os cimentos) foram preparadas em ambiente com temperatura em torno de 25°C e depois levadas a cabine com temperatura de 37°C e umidade entre 95% e 100%, onde permaneceram por um tempo superior a três vezes os seus



tempos de endurecimento. Após a cura, os corpos de prova foram pesados e imersos em um erlemmayer com 50 ml de água deionizada (Fig. 16B). Para que as espécies não entrassem em contato com as paredes do frasco um fio foi fixado ao anel e preso a tampa do frasco.

Antes do início do preparo as dos erlemmeyers foram verificadas em balança analítica com 4 casas decimais.



**Figura 16** – (A) Anéis de PVC utilizados no preparo dos corpos de prova e (B) simulação de como o corpo de prova são posicionados no frasco com água deionizada.

Decorridas 24 h os corpos de prova foram retirados dos frascos e os erlemmeyers foram acondicionados abertos em uma estufa onde permaneceram sob temperatura de 70°C até que toda água fosse evaporada. Após este período, foram levados a um dissecador onde permaneceram por um período de 2 h. Após este procedimento, os frascos foram então pesados e novamente armazenados na estufa, repetindo o processo até que a massa do frasco apresentasse valores constantes.

A solubilidade foi considerada como a porcentagem de massa perdida de cada espécie, tendo como base o aumento de massa nos frascos, conforme a equação:

$$S = \frac{M_f - M_i}{M_i} \times 100 \quad (6)$$

onde  $M_f$  e  $M_i$  são a massa final e inicial dos frascos, respectivamente.

#### **4.6 - Selabilidade.**

Os testes de filtração de fluido foram realizados na Universidade de Bologna-Itália, no Laboratório de Endodontia sob orientação dos Professores Carlo Prati e da Professora Maria Giovanna Gandolfi. O estudo foi viabilizado pela CAPES (Estágio de Doutorado PDEE).

Para o experimento foram selecionados vinte e quatro dentes incisivos superiores humanos unirradiculados sem fraturas, cáries ou processos de reabsorção. Radiografias foram feitas para se analisar a anatomia interna dos canais. A coroa dos dentes foram removidas na altura da junção cimento/esmalte (JCE) com uma fresa # 701 em alta velocidade sob spray de água, obtendo um comprimento remanescente de  $14 \pm 1$  mm.

A parte coronária de cada canal foi preparada com brocas de Gates Glidden (Dentsply Maillefer, Ballagues, CH) tamanhos #2 e #3, trabalhando em uma profundidade de aproximadamente 8 mm do ápice. Os canais foram preparados biomecanicamente pelo sistema ProTaper (Dentsply-Maillefer, Suíça) com as pontas SX, S1, S2, F1 e F2, de acordo com as instruções do fabricante. O comprimento de trabalho utilizado foi de 1 mm aquém do ápice. Durante o preparo, a cada troca de instrumento os canais foram irrigados com 3 ml de NaOCl a 5.25% (Ogna, Maggiò, Italia) e 3 ml de EDTA a 10% (Ogna, Maggiò, Italia). A irrigação foi feita com uma seringa descartável e agulha de 27-gauge needle (Molteni, Firenze, Itália).

Ao final da instrumentação, 2 ml de NaOCl (Ogna, Maggìo, Italia) a 5,25% foi deixado no interior do canal por 3 minutos e, em seguida os canais foram secos com pontas de papel (Dentsply-Maillefer). Depois os dentes foram imersos em 100 ml de clorexidina a 0,03% (Ghimas – Bologna-Italia) por 30 minutos, em seguida foram armazenados em água deionizada por 10 minutos e, após esta imersão foram novamente secos com ponta de papel. Antes da obturação limas tipo Kerr (Dentsply-Maillefer) # 10 foram usadas para assegurar a patência.

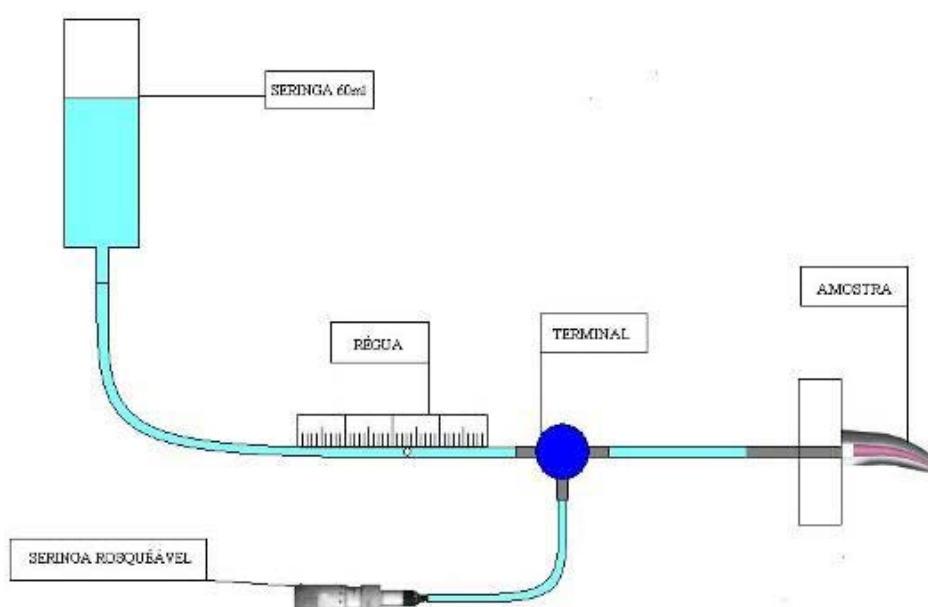
As espécies foram divididas em 2 grupos (n=10) e todos os canais foram obturados com cone de guta-percha ProTaper F2 e com os respectivos cimentos (10 com Sealer 26 e 10 com GEOE), usando a técnica do cone único.

Após a obturação as espécies foram imersas em 20 ml de solução de fosfato DPBS (Lonza – Verviers-Belgium), onde permaneceram por 24 h, então as raízes foram secas e duas camadas de esmalte de unha foram aplicadas em toda a superfície externa radicular, exceto na região apical. O controle positivo foi um tubo de aço inoxidável inserido a uma placa de acrílico totalmente selado com cianocrilato. O controle negativo foi idêntico, porém o tubo estava livre, sem selamento.

No método de filtração de fluido, um segmento de aço inoxidável de 18 gauge foi inserido através de um orifício em uma placa de acrílico com 2,1 x 2,1 cm e 0,6 cm de espessura. O tubo foi fixado à placa com cola cianoacrilato (Rocket DVA - Califórnia USA).

A porção coronária de cada raiz foi fixada à placa com cola cianoacrilato (Rocket DVA – Califórnia, USA) de modo que a embocadura do canal coincidissem com o tubo de aço. Este tubo de aço foi ligado a um terminal com três saídas, em uma delas foi acoplado um tubo de polietileno (Fisher Scientific, Pittsburg, PA,

USA), ligado a uma microseringa (Gilmont Instruments, Great. Neck, NY, USA). O outro terminal é ligado a um capilar de vidro que por sua vez é ligado a uma seringa suspensa a 70 cm do nível da amostra. A seringa foi preenchida com 60 ml de clorexidina a 0.03% que dava ao sistema uma pressão de 1 Psi. O capilar possuía um diâmetro de  $0,72 \mu\text{m}$  e foi posicionado sobre uma régua no campo visual do microscópio. A Figura 17 mostra esquematicamente o sistema de filtração de fluido.



**Figura 17-** Sistema de filtração de fluido.

O sistema funciona devido à movimentação da bolha que foi inserida nos capilares com o auxílio da microseringa. Esta bolha se movimenta conforme a maior ou menor permeabilidade da espécie. Inicialmente, a bolha fica posicionada no centro do capilar de vidro, o movimento linear da bolha foi medido com o auxílio de uma escala graduada em  $0,5\text{mm}$  fixada sob o capilar. Antes do início das medidas, o sistema permaneceu em repouso por 30 min para estabilização da bolha.

O período de teste foi de 6 minutos e foram feitas 3 repetições sucessivas para cada espécie. O teste de filtração de fluido foi feito com 1, 7, 14 e 30 dias após a obturação.

No intervalo entre as medidas as espécies ficaram imersas em DPBS a 37°C. Os controles positivo e negativo foram analisados do mesmo modo.

As medidas lineares em mm/min foram convertidas em ( $\mu\text{L}/\text{min}$ ) usando a seguinte equação:

$$P = L \times 0.407 \quad (7)$$

Onde:

P = permeabilidade ( $\mu\text{l}/\text{min}$ )

L = movimento linear (mm) da bolha durante 1 min.

0.407 = é o valor do volume de 1 mm do capilar.

Vol. Capilar (1mm) =  $2\pi r^2 \cdot 1\text{mm} = 0.407\mu\text{l}$

## 5 – RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 5.1 - Tempo de presa

A Tabela 1 mostra os valores de tempo de presa de cada espécie dos cimentos CEOE e Sealer 26<sup>®</sup>, bem como as médias e o respectivo desvio padrão (SD).

**Tabela 1-** Tempo de presa em horas dos cimentos CEOE e Sealer 26<sup>®</sup>

Material	Amostra 1	Amostra 2	Amostra 3	Média	DP
CEOE	33,0	34,0	32,0	33,0	1,0
Sealer 26 <sup>®</sup>	51,0	51,5	50,0	50,83	0,76

Os resultados obtidos neste trabalho mostram que os valores de tempo de presa dos dois cimentos estudados estão dentro dos propostos pela *The British Standar BS (1988)*<sup>105</sup>, que recomenda valores menores que 72 h a 37°C e UR 100%. A análise estatística mostra uma diferença significativa ( $p = 1,63 \times 10^{-6}$ ) entre os tempos de presa dos dois cimentos. Esta discrepância de valores pode ser devido à diferença na composição química dos cimentos, embora os dois materiais utilizem resina epóxi na sua formulação, os pós possuem composições diferentes. Outro fator que poderia influenciar no tempo de presa é a diferença no tamanho das partículas do pó dos cimentos<sup>106</sup>, porém não podemos fazer essa afirmação por não conhecermos a granulometria do Sealer 26<sup>®</sup>. Ambos os materiais apresentaram tempo de presa considerado longo entre os materiais odontológicos, Grossman<sup>107</sup> considera que um dos problemas relacionado com o longo tempo de presa é a possibilidade de liberação de toxinas durante este tempo, provocando assim

irritações nos tecidos adjacentes, o cimento CEOE tem um tempo de endurecimento 55% menor do que o Sealer 26<sup>®</sup>, que minimizaria os efeitos de liberação de toxinas. Por outro lado, este tempo é adequado ao procedimento clínico por permitir a remoção do material em casos de falhas durante a obturação.

O valor do tempo de presa do Sealer 26<sup>®</sup> obtido neste trabalho não se ajusta aos diferentes valores encontrados na literatura, Brandão, C.<sup>104</sup>, obteve um tempo de 7,5 h e Fidel, RAS. et<sup>108</sup> encontrou valor de 41,36 h. De acordo com o fabricante o tempo de presa a 37°C seria de 12 h.

## 5.2 - Liberação de íons

O resultado do estudo de liberação de íons está resumido na Tabela 2, que apresenta os valores das medidas de pH, concentração de íons cálcio e condutividade dos cimentos estudados. Os valores apresentados são os valores médios e respectivos desvio padrão obtidos das dez amostras de cada material. Os dados correspondentes ao tempo 0h são da solução aquosa antes de receber as amostras.

**Tabela 2-** Valores médios de pH, concentração de cálcio e condutividade do CEOE e Sealer 26<sup>®</sup>

TEMPO (h)	PH		ÍONS CÁLCIO (ppm)		CONDUTIVIDADE ( $\mu$ S/cm)	
	CEOE	Sealer 26 <sup>®</sup>	CEOE	Sealer 26 <sup>®</sup>	CEOE	Sealer 26 <sup>®</sup>
0	6.5	6.5	0	0	5.5	5.5
24	9,8 a	8,7 b	5,5 a	3,4 b	55.6 a	28.5 b
48	7,8 a	7,3 b	3,5 a	1,8 b	24.2 a	15.5 b
72	8,2 a	7,1 b	1,9 a	2,0 a	19.3 a	6.9 b
96	7,3 a	7,1 a	1,3 a	1,2 a	10 a	6.2 b
120	7,0 a	6,7 a	0,6 a	0,5 b	7.3 a	6.6 a

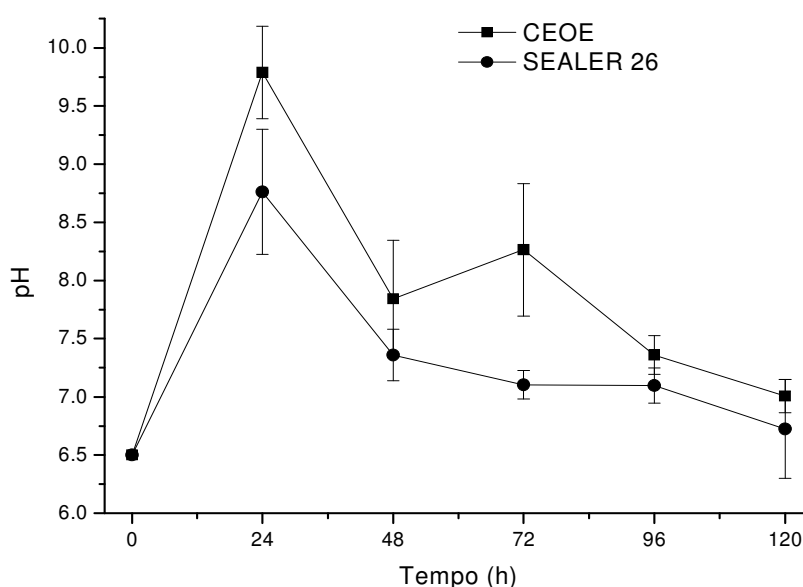
**Obs:** - Médias seguidas de mesma letra minúscula (nas linhas e dentro do mesmo parâmetro) não diferem entre si pelo teste Tukey a 5% de probabilidade.

A liberação de íons hidroxila proveniente da dissociação do hidróxido de cálcio presente em alguns cimentos e pastas utilizados em endodontia promove

alcalinização do meio, tornando o ambiente inóspito para bactérias. Estrela et al<sup>71</sup> explicam o mecanismo de ação antimicrobiano dos íons hidroxila, outros autores também relacionam a alcalinidade do meio e ação antimicrobiana<sup>109,110,111</sup>.

A Figura 18 mostra o gráfico com a variação do pH em função do tempo estudado para os cimentos CEOE e Sealer 26<sup>®</sup>. Podemos observar um aumento no pH das soluções de ambos os cimentos nas primeiras 24h, passando de 6,5 para 9,9 no cimento CEOE e de 6,5 para 8,7 no cimento Sealer 26<sup>®</sup> indicando que ambos materiais liberam grande quantidade de íons OH<sup>-</sup> nas primeiras 24h. Estes valores permanecem acima dos valores iniciais até o tempo final de análise (120h), mostrando que durante todo o período houve liberação de íons hidroxila, promovendo alcalinização do meio, indicando que estes cimentos têm poder antimicrobiano.

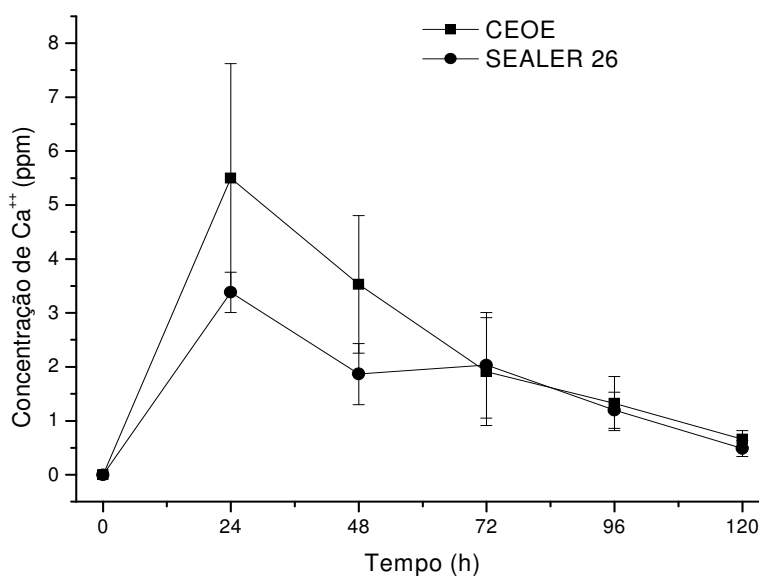
Embora estatisticamente não se observa diferença significativa após o período de 96 h, os resultados mostram que durante todo o estudo os valores médios de pH do CEOE foram superiores aos do Sealer 26<sup>®</sup>



**Figura 18** - Valores de pH dos cimentos CEOE e Sealer 26<sup>®</sup> em função do tempo.



A Figura 19 mostra o comportamento da concentração de íons cálcio em função do tempo de imersão dos cimentos avaliados. Nas primeiras 24 h, apesar dos valores de  $\text{Ca}^{2+}$  do cimento CEOE terem um desvio padrão grande, os resultados mostraram que em média este material libera quase o dobro de  $\text{Ca}^{2+}$  que o Sealer26<sup>®</sup>. Esta diferença permanece até as 48 h de estudo e a partir de 72 h os valores são iguais. O gráfico mostra ainda que ambos os cimentos continuam liberando íons  $\text{Ca}^{2+}$  e  $\text{OH}^-$ , até pelo menos 120 h após a primeira imersão.

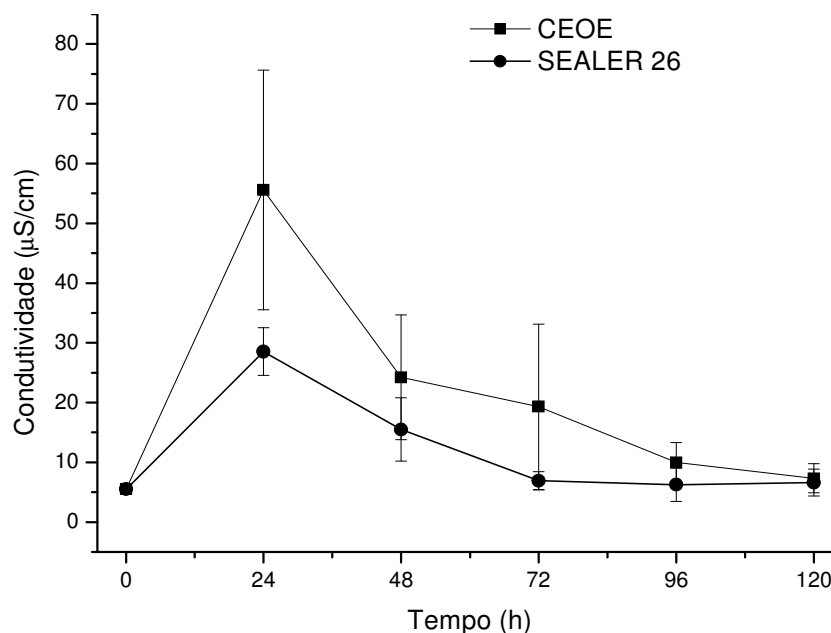


**Figura 19** – Concentração de  $\text{Ca}^{++}$  dos cimentos CEOE e Sealer 26<sup>®</sup> em função do tempo

A diminuição na liberação de íons observada, principalmente entre 24 h e 72 h, pode estar relacionada ao tempo de presa destes cimentos. Como estes materiais são à base de resina epóxi, quando ocorre o endurecimento total do material a dissociação do hidróxido de cálcio tende a diminuir, com isso ocorre queda na liberação de íons cálcio e hidroxila.

Quando se analisa a concentração de íons cálcio por espectroscopia de absorção atômica, o resultado nos dá a concentração de todo o cálcio contido na

solução, independente de estar no estado iônico ou não. Portanto, o resultado obtido com o estudo da condutividade (Figura20) demonstra que nas soluções analisadas de ambos os cimentos o cálcio estava na forma iônica.



**Figura 20** – Condutividade dos cimentos CEOE e Sealer26 em função do tempo.

O comportamento da condutividade em função do tempo (Fig. 20) foi o mesmo da concentração de  $\text{Ca}^{++}$ , aumentando nas primeiras 24 h e depois diminuindo tendendo a um equilíbrio. Esta semelhança de comportamento reforça a afirmação de que o cálcio presente na solução é iônico. A condutividade da solução que continha o cimento CEOE tem valores médios superiores às do cimento Sealer 26<sup>®</sup>.

A metodologia utilizada neste estudo de liberação de íons não permite realizar uma comparação com resultados obtidos com o Sealer 26<sup>®</sup> reportados na literatura. Da Silva et al<sup>78</sup> utilizaram matriz de teflon de 6 mm de diâmetro por 15 mm de comprimento e mantiveram as espécies na mesma solução durante todo o período de estudo, além disso as espécies foram imersas na solução após o endurecimento. Brandão<sup>104</sup> utilizou tubos de plástico com as mesmas dimensões dos tubos usados neste trabalho, porém, os períodos de troca de solução foram diferentes. Duarte et

al<sup>12</sup> usaram tubos com dimensões diferentes do corrente estudo (4 mm de diâmetro e 10 mm de comprimento) e períodos de trocas também diferentes. Contudo, mesmo com metodologias diferentes, foi possível observar uma concordância nos valores de pH, entre os nossos resultados e os trabalhos reportados acima. Em relação à liberação de íons cálcio, os autores acima apresentam valores de uma ordem de grandeza acima dos obtidos neste trabalho.

É importante ser relatado que embora um material apresente grandes concentrações de cálcio na sua composição não significa que ocorrerá formação de barreira de tecido mineralizado. Durante o processo de endurecimento, os íons cálcio liberados podem reagir com outros elementos ou moléculas do próprio material ou com outras moléculas do meio onde o material foi inserido. Desta forma, uma menor quantidade de íons cálcio contribuiria para a formação do carbonato de cálcio e, conseqüentemente para a formação de tecido mineralizado. Portanto, somente após estudos biológicos será possível avaliar se a quantidade de íons liberados do CEOE, observados neste trabalho, contribuiria para a formação de barreira de tecido mineralizado.

### **5.3 - Adesividade**

A tabela 3 mostra os valores da adesividade de cada espécie obtidos nos testes, bem como a média e o desvio padrão dos cimentos CEOE e Sealer 26<sup>®</sup>.

**Tabela 3-** Adesividade dos cimentos CEOE e Sealer 26<sup>®</sup> em MPa.

Material	A1	A2	A3	A4	A5	A6	A7	A8	A9	A10	Média	DP
CEOE	24,141	14,363	26,034	20,016	23,338	29,028	11,897	14,92	29,901	23,268	21,690	6,232
Sealer26 <sup>®</sup>	12,749	24,19	13,017	21,464	21,940	21,860	18,698	20,839	19,868	21,811	19,643	3,839

Os resultados mostram que o valor médio final de adesividade do cimento CEOE foi maior que o Sealer 26<sup>®</sup>, contudo estatisticamente não foi observada diferença significativa ( $P=0.38820$ ).

A boa adesividade dos dois cimentos estudados pode estar relacionada à presença de resina epóxi na sua composição. Um dos fatores que promovem a melhor adesividade dos cimentos à base de resina epóxi nas paredes de dentina é a facilidade destes materiais penetrarem nas irregularidades das paredes, promovendo uma melhor aderência<sup>113</sup>. Tagger, M. et al<sup>114</sup>, relacionam o alto valor de adesividade dos cimentos à presença de resina epóxi.

#### **5.4 - Dureza**

A Tabela 4 apresenta os resultados dos valores de dureza dos cimentos Sealer 26<sup>®</sup> e CEOE. Os valores apresentados são as médias e o desvio padrão das dez penetrações produzidas pelo micro-durômetro em cada espécie.

**Tabela 4:** Valores médios de dureza ( $N/mm^2$ ) das amostras dos cimentos CEOE e Sealer 26<sup>®</sup>

<b>Material</b>	<b>A1</b>	<b>A2</b>	<b>A3</b>	<b>A4</b>	<b>Média</b>	<b>DP</b>
<b>CEOE</b>	28,67	33,24	34,63	35,49	33,00	3,03
<b>Sealer 26<sup>®</sup></b>	27,16	29,85	29,28	26,37	28,57	1,56

Estatisticamente existe diferença significativa entre os valores de dureza dos dois cimentos ( $P=0,03130$ ). O cimento CEOE apresentou melhores resultados que o Sealer 26<sup>®</sup>. Esta variação pode ser devido à diferença na composição química dos materiais e a relação pó/líquido adotada que foi 0,83 para o CEOE e 1,66 para o Sealer 26<sup>®</sup>. Outro fator que poderia contribuir seria a diferença na granulometria dos

cimentos, porém não temos informações sobre o tamanho das partículas do Sealer 26<sup>®</sup>.

### **5.5 - Solubilidade**

A Tabela 5 mostra os resultados do estudo da solubilidade dos cimentos CEOE e Sealer 26<sup>®</sup>.

**Tabela 5** – Solubilidade dos cimentos CEOE e Sealer 26<sup>®</sup>.

<b>Material</b>	<b>Amostra 1 (%)</b>	<b>Amostra 2 (%)</b>	<b>Média (%)</b>	<b>DP (%)</b>
<b>CEOE</b>	0,005	0,022	0.013	0.012
<b>Sealer 26<sup>®</sup></b>	0,05	0,082	0.066	0.022

Os resultados mostram que a solubilidade dos cimentos estudados está dentro das especificações da Norma 57 da ANSI/ADA, a qual exige que a solubilidade de um cimento endodôntico não deve ser superior a 3% de sua massa original. O desvio padrão elevado observado para os dois cimentos pode ser devido ao número limitado de amostras definido pela norma ADA/ANSI. A análise estatística deste teste mostrou que não existe diferença significativa ( $P= 0,1013$ ) entre os valores de solubilidade dos materiais estudados.

A baixa solubilidade dos cimentos estudados está associada à presença de resina epóxi na sua composição, conforme foi concluído nos estudos de MacMichen et al<sup>27</sup>, Verziani et al<sup>115</sup> e Carvalho et al<sup>116</sup>. A baixa solubilidade observada em ambos os cimentos pode ser um dos fatores que contribuíram para a excelente selabilidade dos cimentos que será visto no próximo item. Wu et al<sup>117</sup> reportaram uma correlação entre a selabilidade e a solubilidade de cimentos endodônticos.

## 5.6 - Selabilidade

Os valores médios e o desvio padrão dos resultados de filtração de fluido em  $\mu\text{l}/\text{min}$  durante o período de estudo são mostrados na Tabela 6, os quais são representados na Figura 23.

**Tabela 6** – Filtração de fluido ( $\mu\text{l}/\text{min}$ ) dos cimentos CEOE e Sealer26<sup>®</sup>.

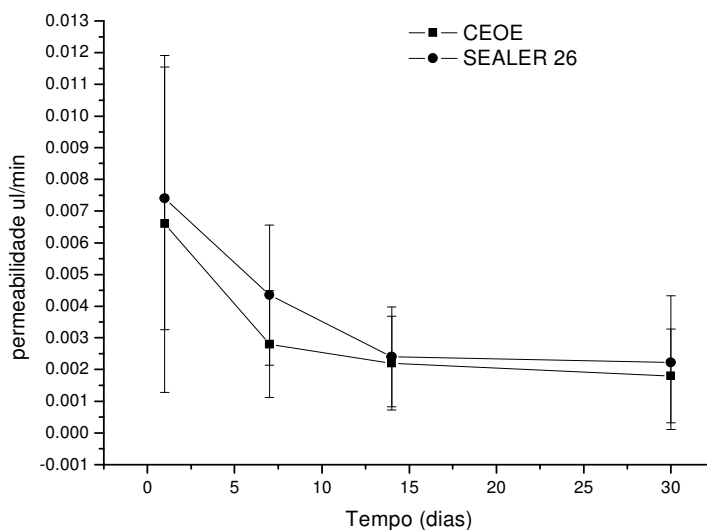
Material	1 dia	7 dias	14 dias	30 dias
CEOE	0.0066±0.0053	0.0028±0.0016	0.0022±0.0014	0.0018± 0.0014
Sealer 26 <sup>®</sup>	0.0074±0.0041	0.0043±0.0022	0.0043±0.0022	0.0022± 0.0021

Pela tabela observamos que os dois cimentos apresentaram valores muito baixos de filtração de fluido durante o intervalo de tempo analisado, promovendo um excelente selamento apical. Observa-se também que após um mês ambos os cimentos tiveram uma redução de aproximadamente 70% na filtração de fluido.

Em média o cimento CEOE apresentou valores de permeabilidade menores que os do cimento Sealer 26<sup>®</sup>, embora estatisticamente não tenha sido observadas diferenças significativas ( $P>0,05$ ).

Observamos pela Figura 21 que ambos os cimentos têm um comportamento semelhante. Nas primeiras 24 h os valores de permeabilidade são mais elevados, decaindo até o período de 14 dias e, a partir daí, ocorre uma estabilização até o final do estudo (30 dias).

O comportamento observado nos valores da permeabilidade na primeira semana (quedas de 57,6% e 41,9% para os cimentos CEOE e Sealer 26<sup>®</sup>, respectivamente) podem estar relacionado ao tempo de endurecimento dos materiais.



**Figura 21** – Permeabilidade em  $\mu\text{l}/\text{min}$  dos cimentos CEOE e Sealer 26<sup>®</sup> no período entre zero e 30 dias.

Os baixos valores de permeabilidade observados em ambos os cimentos é devido à presença de resina epóxi na formulação destes materiais, conforme foi relatado na discussão anterior, que contribui para a baixa solubilidade dos cimentos. Além disso, a alta adesividade observada em ambos os cimentos pode estar contribuindo para a excelente selabilidade observada, uma vez que a boa aderência do cimento à parede de dentina minimiza as infiltrações pela interface dentina/cimento, como foi reportado por Siqueira et al<sup>118</sup>.

## 6 – CONCLUSÃO

Através dos estudos realizados neste trabalho, foi possível concluir que:

1. o cimento CEOE, comparado com o Sealer 26<sup>®</sup>, tem um tempo de endurecimento menor, maior liberação de íons, maior dureza e semelhantes adesividade, solubiidade e selabilidade;
2. os resultados sugerem uma correlação entre selabilidade, solubilidade e liberação de íons.
3. o cimento CEOE libera íons cálcio e hidroxila, sugerindo que o mesmo pode auxiliar no processo de reparo tecidual quando utilizado como obturador endodontico;
4. os resultados mostram que o cimento experimental CEOE tem potencial par ser usado como cimento obturador, e que novos estudos devem ser realizados no sentido de caracterizar e aprimorar este material.



## 7 - REFERÊNCIAS

---

- <sup>1</sup> TORABINEJAD, M.; WATSON, T.F.; FORD T.R.P. Sealing ability of a mineral trioxide aggregate when used as a root end filling material. **Journal of Endodontics**, Baltimore, v. 19, n. 12, p.591-595, 1993.
  
- <sup>2</sup> LEE, S.J.; MONSEF, M.; TORABINEJAD, M. Sealing ability of a mineral trioxide aggregate for repair of lateral root perforations. **Journal of Endodontics**, Baltimore, v. 19, n. 11, p.541-544, 1993.
  
- <sup>3</sup> RAFTER, M. Apexification: a review. **Dental Traumatology**, Copenhagen, v.21, p.1-8, 2005.
  
- <sup>4</sup> HOLLAND, R. et al. Healing process of dog dental pulp after pulpotomy and pulp covering with mineral trioxide aggregate or Portland cement. **Brazilian Dental Journal**, Ribeirão Preto, v. 12, n. 2, p. 109-113, 2000.
  
- <sup>5</sup> MAROTO, M.; BARBERIA, E.; PLANELLS, P.; VERA, V. Treatment of a non-vital immature incisor with mineral trioxide aggregate. **Dental Traumatology**, Copenhagen, v.9, p.165-169, 2003.
  
- <sup>6</sup> HOLLAND, R. et al. Reaction of dogs teeth to root canal filling with mineral trioxide aggregate or a glass ionomer Sealer. **Journal of Endodontics**, Baltimore, v. 25, n.11, p. 728-730, 1999.
  
- <sup>7</sup> MAROTO, M.; BARBERIA, E.; PLANELLS, P. Clinical study of mineral trioxide aggregate in pulpotomy procedures on primary molars: a 15 months pilot study. **RCOE**, Madrid, v. 9, n. 1, p. 1-6, 2004.
  
- <sup>8</sup> HOLLAND, R. et al. Influence of type of vehicle and limit of obturation on apical and periapical tissue reponse in dogs teeth after root canal filling with mineral trioxide aggregate. **Journal of Endodontics**, Baltimore v. 33, n. 6, p. 693-697, 2007.
  
- <sup>9</sup> TORABINEJAD, M.; HONG, C.U.; MACDONALD, F.; PITT FORD, T.R. Physical and chemical properties of a new root-end filling material. **Journal of Endodontics**, Baltimore, v. 21, p. 349–53, 1995.
  
- <sup>10</sup> ABEDI, H.R.; INGLE, J.I. Mineral trioxide aggregate: a review of a new cement. **Journal of the California Dental Association**, Sacramento, v.26, p.36–9, 1995.

- 
- <sup>11</sup> HERZOG-FLORES, D.S.; VELASQUEZ, A.; GONZALEZ, V.M.; RODRIGUEZ, F.J.M.; GOMEZ, M.V.B.; BARRIENTOS, V.G. Análisis fisicoquímico del mineral trioxide aggregate por difracción de rayos X colorimetría y microscopía electrónica de barrido. **Revista de la Asociación Dental Mexicana**, México, v.57, p.125–131. 2000.
- <sup>12</sup> TORABINEJAD, M.; RASTEGER, A.F.; KETTERING, J.D.; FORD, T.R.P. Bacterial leakage of mineral trioxide aggregate as a root-end filling material. **Journal of Endodontics**, Baltimore, v. 21, p. 109-112, 1995.
- <sup>13</sup> HOLLAND, R.; SOUZA, V.; NERY, M.J.; OTOBONI, J.A.; BERNABÉ, P.F.E.; DEZAN, J.R.E. Reaction of dog's teeth to root canal filling with mineral trioxide aggregate or a glass ionomer Sealer. **Journal of Endodontics**, Baltimore v. 25, p. 728–730, 1999.
- <sup>14</sup> DUARTE, M.A.H.; DEMARCHI, A.C.C.O.; YAMASHITA, J.C.; KUGA, M.C.; FRAGA, S.C. PH and calcium ion release of 2 root-filling materials. **Oral Surgery Oral Medicine Oral Pathology Oral Radiology and Endodontics**, Saint Louis, v. 95, p. 345–347, 2003.
- <sup>15</sup> HOLLAND, R.; SOUZA, V.; NERY, M.J. Calcium salts deposition in rat connective tissue after the implantation of calcium hydroxide-containing Sealers. **Journal of Endodontics**, Baltimore. V. 28, p. 173–176, 2002.
- <sup>16</sup> CAMILERI, J.; MONTESIN, F.E.; DI SILVIO, L.; PITT FORD, T.R. The chemical constitution and biocompatibility of accelerated portland cement for endodontic use. **International Endodontic Journal**, Oxford, v. 38, p. 834-842, 2005.
- <sup>17</sup> BER, B.S.; HATTON, J.F.; STEWART, G.P. Chemical modification of Pro-Root MTA to improve handling characteristics and decrease setting time. **Journal of Endodontics**, Baltimore, v. 33, n. 10, p. 1231-1234, 2007.
- <sup>18</sup> CAMILLERI, J.; MONTESIN, F.E.; CURTIS, R.V.; PITT FORD, T.R. Characterization of Portland cement for use as a dental restorative material. **Dental Materials**, Kidlington, v. 22, p. 569-575, 2006.

- 
- <sup>19</sup> SANTOS, A.D. **Estudo de propriedades físicas e químicas de um novo cimento selador endodôntico**. 2004. 80f. Dissertação (Mestrado)– Faculdade de Engenharia, Universidade Estadual Paulista, Ilha Solteira, 2004.
- <sup>20</sup> SANTOS, A.D.; ARAÚJO, E.B.; YUKIMITU, K.; BARBOSA, J.C.; MORAES, J.C. Setting time and thermal expansion of two endodontic cements. **Oral Surgery, Oral Medicine, Oral Pathology, Oral Radiology and Endodontics**, Saint Louis, v.106, n.3, p.77-79, 2008.
- <sup>21</sup> SANTOS, A.D.; MORAES, J.C.S.; ARAÚJO, E.B.; YUKIMITU, K.; VALÉRIO FILHO, W.V. Physico-chemical properties of MTA and a novel experimental cement. **International Endodontic Journal**, Oxford, v. 38, p. 443-447, 2005.
- <sup>22</sup> VIZGIRDA, P.J.; LIEWEHR, F.R.; PATTON, W.R.; MCPHERSON, J.C.; BUXTON, T.B. A comparative of laterally condensed gutta-percha, thermoplasticized gutta-percha and mineral trioxide aggregate as root canal filling materials. **Journal of Endodontics**, Baltimore, v.30, n.2. p.103-106, 2004.
- <sup>23</sup> Yeung P, Liewehr FR, Moon PC. A quantitative comparison of the fill density of MTA produced by two placement techniques. **Journal of Endodontics**, Baltimore, v.32, n.5, p.456-459, 2006.
- <sup>24</sup> BOUTSIUKIS, C.; NOULA, G.; LAMBRIANIDIS, T. Ex vivo study of the efficiency of two techniques for the removal of mineral trioxide aggregate used as a root canal filling material. **Journal of Endodontics**, Baltimore, v.34, n.10, p.1239-1242, 2008.
- <sup>25</sup> MOHAMMADI, Z. Orthograde root filling of an immature nonvital tooth using MTA. **Dentistry Today**, Montclair, v.27, n.7, p.102, 104-105, 2008.
- <sup>26</sup> AL-HEZAIMI, K.; NAGHSHBANDI, J.; OGLESBY, S.; SIMON, J.H.; ROTSTEIN, I. Human saliva penetration of root canals obturated with two types of mineral trioxide aggregate cements. **Journal Endodontics**, Baltimore, v.31, n.6, p.453-456, 2005.
- <sup>27</sup> MACMICHEN, F.R.S.; PEARSON, G.; RAHBARAN, S.; GULABIVALA, K. A comparative study of select physical of five root-canal Sealers. **International Endodontic Journal**, Oxford, v. 36, p. 629-635, 2003.
- <sup>28</sup> WUCHERPFENING, A.L; GRENN, D. B. Mineral trioxide vs Portland cement. **Journal of Endodontics**, Baltimore, v.25, n.4, p.308, 1999.

- 
- <sup>29</sup> ESTRELA, C.; BAMMANN, L.L.; ESTRELA, C.L.; SILVA, R.S.; PECORA, J.D. Antimicrobial end chemical study of MTA, Portland cement, calcium hydroxide paste, Sealepex and Dycal. **Brazilian Dental Journal**, Ribeirão Preto, v. 11, p. 3-9, 2000.
- <sup>30</sup> ISLAN, I.; CHNG, H.K.; YAUP, A.U.J. X-ray diffraction analysis of Mineral Trioxide Aggregate and Portland Cements. **International Endodontic Journal**, Oxford, v. 39, p. 220-225, 2006.
- <sup>31</sup> OLIVEIRA, M.G.; XAVIER, C.B.; DEMARCO, F.F.; PINHEIRO, A.L.B.; COSTA, A.T.; POZZA, D.H. Comparative chemical study of MTA and Portland Cements. **Brazilian Dental Journal**, Ribeirão Preto, v. 18, n. 1, p. 3-7, 2007.
- <sup>32</sup> CAMILLERI, J.; MONTESIN, F.E.; BADY, K.; SWEENEY, R.; CURTS, R.V.; PITT FORD, T.R. The constitution of mineral trioxide aggregate. **Dental Materials**, Kidlington, v. 21, p. 297-303, 2007.
- <sup>33</sup> SONG, J.S.; MANTE, F.K.; ROMANOW, W.J.; KIM, S. Chemical analysis of powder and set forms of Portland cement, gray Pro-Root MTA, white Pro-Root MTA, and gray MTA Angelus. **Oral Surgery, Oral Medicine, Oral Pathology, Oral Radiology and Endodontics**, Saint Louis, v.102, p. 809-815, 2006.
- <sup>34</sup> ASGARY, S.; PARIROKH, M.; EGHBAL, M.J.; BRINK, F. A comparative study of white mineral trioxide aggregate and white Portland cements using X-ray microanalysis. **Australian Endodontic Journal**, v.30, p.89–92, 2004.
- <sup>35</sup> FUNTEAS, U.R.; WALLACE, J.A.; FOCHTMAN, E.W. A comparative analysis of mineral trioxide aggregate and Portland cement. **Australian Dental Journal**, North Sydney, v.29, p.43–44, 2003.
- <sup>36</sup> HWANG, Y.C.; LEE, S.H.; HWANG, I.N.; KANG, I.C.; KIM, M.S.; KIM, S.H.; SON, H.H.; OH, W.M. Chemical composition, radiopacity, and biocompatibility of Portland cement with bismuth oxide. **Oral Surgery, Oral Medicine, Oral Pathology, Oral Radiology and Endodontics**, Saint Louis, v.107, n.3, e96-e102, 2009.
- <sup>37</sup> TORABINEJAD, M.; RASTEGAR, A.F.; KETTERING, J.D.; PITT FORD, T.R. Bacterial leakage of mineral trioxide aggregate as a root-end filling material. **Journal of Endodontics**, Baltimore, v. 21, n. 3, p.109-112, 1995.
- <sup>38</sup> ADAMAO, H.L.; BURIANA, R.; SCHERTZER L.; BOYLAN R.J. A comparison of MTA, super-EBA, composite and amálgama as root-end filling materials using a

---

bacterial microleakage model. **International Endodontic Journal**, Oxford, v. 32, p.197-203, 1999.

<sup>39</sup> DANESH, G.; DAMMASCHEKE, T.; GERTH, H.U.V.; ZANDBIGLARI, T.; SCHAFER, E. A comparative study of select properties ofemens Pro-Root mineral trioxide aggregate and two Portland. **Internarional Endodontic Journal**, Oxford, v.39, p.213-319, 2006.

<sup>40</sup> HACHMEISTER, D.R.; SCHINDER, W.G.; WALKER W.A.; TOMAS D.D. The sealing and retention characteristics of mineral trioxide aggregate in a model of apixification. **Journal of Endodontics**, Baltimore, v. 28, n. 5, p. 386-390, 2002.

<sup>41</sup> FRIDLAND, M.; ROSADO, R. Mineral trióxide aggregate, (MTA), solubility and porosity with diferente water-to-powder ratios. **Journal of Endodontics**, Baltimore, v.29, n.12, p.814-817, 2003.

<sup>42</sup> ISLAN, I.; CHNG, H.K.; YAP, U.J. Comparasion of the physical and mechanical properties of MTA and Portland Cements. **Journal of Endodontics**, Baltimore, v.32, n.3, p.193-196, 2006.

<sup>43</sup> FERK LUKETIĆ, S.; MALCIĆ, A; JUKIĆ, S.; ANIĆ, I.; SEGOVIĆ, S.;KALENIĆ, S. Coronal microleakage of two root-end filling materials using a polymicrobial marker. **Journal of Endodontics**, Baltimore, v.34, n.2, p.201-203, 2008.

<sup>44</sup> GANCEDO-CARAVIA, L.; GARCIA-BARBERO, E. Influence of humidity and setting time on the push-out strength of mineral trioxide aggregate obturations. **Journal of Endodontics**, Baltimore, v.32, p894–896, 2006.

<sup>45</sup> DE-DEUS, G.; PETRUCCELLI, V.; GURGEL-FILHO, E.; COUTINHO-FILHO, T. M.T. A versus Portland cement as repair material for furcal perforations: a laboratory study using a polymicrobial leakage model. **International Endodontic Journal**, Oxford, v.39, p.293–298, 2006.

<sup>46</sup> BIDAR, M.; MORADI, S.; JAFARZADEH, H.; BIDAD, S. Comparative SEM study of the marginal adaptation of white and grey MTA and Portland cement. **Australian Endodontic Journal**, v.33, n.1, p.2-6, 2007 Apr;33(1):2-6.

- 
- <sup>47</sup> MALTEZOS, C.; GLICKMAN, G.N.; EZZO, P.; HE, J. Comparison of the sealing of resilon, pro-root MTA, and super-EBA as root-end filling materials: a bacterial leakage study. **Journal of Endodontics**, Baltimore, v.32, p.324–327, 2006.
- <sup>48</sup> TANOMARU-FILHO, M.; LUIS, M.R.; LEONARDO, M.R.; TANOMARU, J.M.; SILVA, L.A. Evaluation of periapical repair following retrograde filling with different root-end filling materials in dog teeth with periapical lesions. **Oral Surgery, Oral Medicine, Oral Pathology, Oral Radiology and Endodontics**, Saint Louis, v.102, n.1, p.127-132, 2006.
- <sup>49</sup> STORM, B.; EICHMILLER, F.C.; TORDIK, P.A.; GOODELL, G.G. Setting expansion of gray and white mineral trioxide aggregate and Portland cement. **Journal of Endodontics**, Baltimore, v.34, n.1, p.80-82, 2008.
- <sup>50</sup> CAMILLERI, J.; MONTESIN, F.E. ;APAIOANNOU, S.; MCDONALD, F. PITT FORD, T.R. Biocompatibility of two commercial forms of mineral trioxide aggregate. **International Endodontic Journal**, Oxford, v.37, n.10, p.699-704, 2004.
- <sup>51</sup> POGGIO, C.; LOMBARDINI, M.; ALESSANDRO, C.; SIMONETTA, R. Solubility of root-end-filling materials: a comparative study. **Journal of Endodontics**, Baltimore, v.33, n.9, p.1094-1097, 2007.
- <sup>52</sup> WILTBANK, K.B.; SCHWARTS, A.S.; SCHINDLER, W.G. Effect of selected accelerants on the physical properties of mineral trioxide aggregate and Portland cement. **Journal of Endodontics**, Baltimore, v.33, n.10, p.1235-1238, 2007.
- <sup>53</sup> BER, BS.; HATTON, JE.; STEWART, G. Chemical modification of Pro-Root MTA to improve handling characteristics and decrease setting time. **Journal of Endodontics**, Baltimore, v.33, n.10, p.1231-1234, 2007.
- <sup>54</sup> BORTOLUZZI , EA.; BROON, NJ.; BRAMANTE, CM.; GARCIA, RB.; MORAES, IG.; BENARDINELLI, N. Sealing ability of MTA and radiopaque portland cement with or without calcium chloride for root-end filling. **Journal of Endodontics**, Baltimore, v.32, n.9, p.897-900, 2006.
- <sup>55</sup> CAMILLERI, J. The physical properties of accelerated Portland cement for endodontic use. **International Endodontic Journal**, Oxford, v.38, p.834-842, 2005.

- 
- <sup>56</sup> HONG, S.T.; BAE, K.S.; BAEK, S.H.; KUM, K.Y.; LEE, W. Microleakage of accelerated mineral trioxide aggregate and Portland cement in an in vitro apexification model. **Journal of Endodontics**, Baltimore, v. 34, n. 1, p. 56-58, 2008.
- <sup>57</sup> GANDOLFI, M.G.; PAGANI, S.; PERUT, F.; CIAPETTI, G.; BALDINI, N.; MONGIORGI, R.; PRATI, C. Innovative silicate-based cements for endodontics: a study of osteoblast-like cell response. **Journal of Biomedical Materials Research**, Hoboken, v.87, n.2 p.477-486, 2008.
- <sup>58</sup> GANDOLFI, M.G.; SAURO, S.; MANNOCCI, F.; WATSON, T.F.; ZANNA, S. CAPOFERRI, M.; PRATI, C.; MONGIORGI, R. New tetrasilicate cements as retrograde filling material: an in vitro study on fluid penetration. **Journal of Endodontics**, Baltimore, v.33, n.6, p.742-745, 2007.
- <sup>59</sup> DE MORAIS, C.A.; BERNARDINELI, N.; GARCIA, R.B.; DUARTE, M.A.; GUERISOLI, D.M. Evaluation of tissue response to MTA and Portland cement with iodoform. **Oral Surgery, Oral Medicine, Oral Pathology, Oral Radiology and Endodontics**, Saint Louis, v.102, n.3, p.417-421, 2006.
- <sup>60</sup> CAMILLERI, J. Modification of mineral trioxide aggregate. Physical and mechanical properties. **International Endodontic Journal**, Oxford, v.41, n.10, p.843-849, 2008.
- <sup>61</sup> KAO, C.T.; SHIE, M.Y.; HUANG, T.H.; DING, S.J. Properties of an accelerated mineral trioxide aggregate-like root-end filling material. **Journal of Endodontics**, Baltimore, v.35, n.2, p.239-242, 2009.
- <sup>62</sup> FAVA, L.R.G.; SAUNDERS, W.P. Calcium hydroxide pastes: Classifications and clinical indications **International Endodontic Journal**, Oxford, v.32, n. 4, p.257, 1999.
- <sup>63</sup> HERMANN, B.W. Calciumhydroxyd als mittel zum behandeln und Füllen von Wuzelkanälen. Dissertation. Würzburg, 1920 apud CASTAGNOLA, L. **Conservación de la vitalidad de la pulpa en la operatoria dental**. Buenos Aires: Mundi, 1956.
- <sup>64</sup> HERMANN, B.W. Dentinobliteration der wurzelkanäle nach der behandlung mit kalcium. **Zahnärztliche Rundschau**, Berlin, v.39, p.888-889, 1930.
- <sup>65</sup> HERMANN, B.W. **Biologische wurzelbehandlung**. Frankfurt am Main: W. Kramer, 1936.

---

<sup>66</sup> NYGREN, J. Radgivare Angaende Basta Sattet Att Varda Ah Bevara Tandernas Fuskhet, **Osv. Stockholm**, 1838.

<sup>67</sup> TEUSCHER, G.W.; ZANDER, H.A.A. preliminary report on pulpotomy. **Northwestern University Dentistry Bulletin**, Evanston, v. 39, p. 4-8, 1938.

<sup>68</sup> ZANDER, H.A. Reaction of the dental pulp to calcium hydroxide. **Journal of Dental Research**, Washington, v.181, p.373-379, 1939.

<sup>69</sup> GARCIA, G.H. Bosquejo histórico sobre Endodoncia. **Revista Espanola de Endodoncia**, Madrid, v.1, p.123-133, 1983.

<sup>70</sup> TAMBURIC, S. D.; VULETA, G.M.; OGNJANOVIC, J.M. In vitro release of calcium and hydroxyl ions from 2 types of calcium hydroxide preparation. **International Endodontic Journal**, Oxford, v. 26, n. 2, 125-130, 1993.

<sup>71</sup> ESTRELA, C. et al. Mechanism of action of Calcium and hidroxyl ions of Calcium hidroxyde on tissue and bacteria. **Brazilian Dental Journal**, Ribeirão Preto, v.6, n.2, p. 85-90, 1995.

<sup>72</sup> SIQUEIRA, J.R.; UZEDA, M. Infuence of different vehicles on the antibacterial effects of calcium hydroxide. **Journal of Endodontics**, Baltimore, v.24, n.10, p. 663-677. 1988.

<sup>73</sup> FISHER, E.J. The effect of a calcim hydroxide/water paste on micro-organism in carious dentine. **British Dental Journal**, London, v.133, p.19-21, 1972.

<sup>74</sup> DiFORE, P.M.; PETERS, D.D.; SETERSTRON, J.A. The antibacterial effects of calcim hydroxide apexification pastes on streptococcus sanguis. **Oral Surgery, Oral Medicine, Oral Pathology, Oral Radiology and Endodontics**, Saint Louis, v.55, p.91-94, 1983.

<sup>75</sup> FORSTEN, L.; SODERLING, E. The alkaline and antibacterial effects of seven Ca(OH)<sub>2</sub> liners in vitro. **Acta odontológica Scandinávica**, Oslo, v.42, p.93-98, 1884.

<sup>76</sup> LADO, E.A. et al. In vitro antimicrobial activity of six pulp-capping agents. **Oral Surgery, Oral Medicine, Oral Pathology, Oral Radiology and Endodontics**, Saint Louis, v.61, p.197-200, 1986.



- 
- <sup>77</sup> MACCOMB, D.; ERICSON, D. Antimicrobial action of new, proprietary lining cements. **Journal od Dental Research**, Washington, v.66, p.1025-1028, 1987.
- <sup>78</sup> DA SILVA, L.A.B.; LEONARODO, M.R.; DA SILVA, R.S. ;GUIMARÃES L. F. L. Calcium hydroxide root canal sealers: evaluation of pH, calcium ion concentration and conductivity. **Internationl Endodontic Journal**, Oxford, v.30, p.205-209, 1997.
- <sup>79</sup> HOLLAND, R.; SOUZA, V.; BERNABÉ, PFE.; NERY, MJ.; OTOBONI FILHO, JA., DEZAN JR. Apostila de Endodontia – FOA-UNESP. p 51-65.
- <sup>80</sup> HOLLAND, R.; SOUZA, V.; BERNABÉ, P.F.E.; NERY, M.J.; OTOBONI FILHO, J.A.; DEZAN, J.R. Reaction of rat connective tissue implanted dentin tubes filled with mineral trioxide aggregate or calcium hydroxide. **Journal of Endodontics**, Baltimore, v. 25, p.161-166, 1999.
- <sup>81</sup> HOLLAND, R.; SOUZA, V.; BERNABÉ, P.F.E.; NERY, M.J.; OTOBONI FILHO, J.A.; DEZAN, J.R.; MURATA, S.S. Calcium salts deposite in rat connective tissue after the implantation of calcium hydroxide-containg Sealers. **Journal of Endodontics**, Baltimore v. 28, n.3, p.173-176, 2002.
- <sup>82</sup>. SOUZA, V. et al. Reaction of rat connective tissue to the implant of calcium hydroxide pastes. **Revista da Faculdade de Odontologia de Araçatuba**, Araçatuba, v.6, p.69-79, 1977.
- <sup>83</sup> HOLLAND, R. et al. Histochemical response amputed pulps to calcium hidroxide. **Revista Brasileira de Pesquisa Medica e Biológica**, Campinas, v.4, n.1-2, p.83-95, 1971.
- <sup>84</sup>. HOLLAND, R. et al. Histochemical analyses of the dogs dental pulp capping with calcium, barium and strontium hydroxide. **Journal of Endodontics**, Baltimore, v.8, p. 444-447. 1982
- <sup>85</sup> HOLLAND, R. et al. Reaction of human periapical tissue pulp extirpation and immediate root canal filling with calcium hydroxide. **Journal of Endodontics**, Baltimore, v.3, p. 63-67, 1977.

- 
- <sup>86</sup> AEINEHCHIM, M.; ESLAMI, B.; GHANBARILHA, B.; SAFFAR, A.S. Mineral trioxide aggregate ( MTA ), and calcim hydroxide as pulp-capping agents human. **International Endodontic Journal**, Oxford, v.36, p.225-231, 2002.
- <sup>87</sup> ESTRELA, C. In **20<sup>o</sup> Congresso paulista de odontologia** 1998 (12), p229-246.
- <sup>88</sup> **SEAUX** SEAUX, D. et al. Odontoblast-like cytodifferentiation of human dental pulp cells in vitro in the presence of a calcium-containing cement. **Arches of Oral Biology**, Elmsford, v.36, n.2, p.117-128, 1991.
- <sup>89</sup> LEE, K.W.; WILLIAMS, M.C.; CAMPS, J.J.; PASHLEY, D.H. Adhesion of endodontic sealers to dentin and gutta-percha. **Journal of Endodontics**, Baltimore, v.28, p.684-688, 2002.
- <sup>90</sup> NEAL, A.A.; WALTON, R.E.; SCHAFFER, M. Setting times for endodontic Sealers under clinical usage and in vitro conditions. **Journal of Endodontics**, Baltimore, v.27, n.6, p.421-423, 2001.
- <sup>91</sup> NIELSEN, B.A.; BEELER, W.J.; VY, C. J. ;BAUMGARTNER, J.C. Setting times of resilon and other sealers in aerobic and anaerobic environments. **Journal of Endodontics**, Baltimore, v.32, p.130 –132, 2006.
- <sup>92</sup> LEONARDO, M. R.; LEAL, J. M. Endodontia: tratamento de canais radiculares. São Paulo: Médica Panamericana, 1991.
- <sup>93</sup> STEWART, G.G. A comparative study of three root canal sealing agents (Part 1), **Oral Surgery**, Tokyo, v.11, p.1029–1041, 1958.
- <sup>94</sup> TEIXEIRA, C.S.; ALFREDO, E.; THOMÉ, L.H.; GARIBA-SILVA, R.; SILVA-SOUSA, Y.T.; SOUSA-NETO, M.D. Adhesion of an endodontic sealer to dentin and gutta-percha: shear and push-out bond strength measurements and SEM analysis. **Journal of Applied Oral Science**, Bauru, v.2, p.129-135, 2009.
- <sup>95</sup> LEE, K.W.; WILLIAMS, M.C.; CAMPS, J.J.; PASHLEY, D.H. Adhesion of endodontic sealers to dentin and gutta-percha. **Journal of Endodontics**, Baltimore, v.28, p.684-688, 2002.
- <sup>96</sup> UNGOR, M.; ONAYL, E.O.; ORUCUGLU, H. Push-out bond strengths: theEpiphany–Resilon endodontic obturation system compared with different pairings of Epiphany, Resilon, AH Plus and gutta-percha. **International Endodontic Journal**, Oxford, v. 39, p.643–647, 2006.

---

<sup>97</sup> ROYDHOUSE, R.H. Punch-shear test for dental purposes. **Journal Dental Research**, Washington, v.49, p.131-136, 1970.

<sup>98</sup> RAHIMI, S.; SHAHI, S.; LOTFI, M.; YAVARI, H.R.; CHAREHJOO, M.E. Comparison of microleakage with three different thicknesses of mineral trioxide aggregate as root-end filling material. **Journal of Oral Science**, Washington, v.50, p.273-277, 2008.

<sup>99</sup> MONTICELLI, F.; SWORD, J.; MARTIN, R.L.; SCHUSTER, G.S.; WELLER, R.N.; FERRARI, M.; PASHLEY, D.H.; TAY, F.R. Sealing properties of two contemporary single-cone obturation systems. **International Endodontic Journal**, Oxford, v.40, p.374-385, 2007.

<sup>100</sup> FRANSEN, J.N.; HE, J.; GLICKMAN, G.N.; RIOS, A.; SHULMAN, J.D.; HONEYMAN, A. Comparative assessment of ActiV GP/glass ionomer Sealer, Resilon/Epiphany, and gutta-percha/AH plus obturation: a bacterial leakage study. **Journal of Endodontics**, Baltimore, v.34, p.725-727, 2008.

<sup>101</sup> PASHLEY, D.H.; THOMPSON, S.M.; STEWARD, F.P. Dentin permeability: effects of temperature on hydraulic conductance. **Journal Dental Research**, Washington, v.62, n.9, p.956-959, 1983.

<sup>102</sup> WU MK, D.E.; GEE, A.J.; WESSELINK, P.R.; MOORER, W.R. Fluid transport and bacterial penetration along root canal fillings. **International Endodontic Journal**, Oxford, v.26, p.203-208, 1993.

<sup>103</sup> AMERICAN NATIONAL STANDARD. **Endodontic Sealing Material**. American Dental Association Council on Scientific Affairs, 2000. ( American Dental Association Specification No. 57 ).

<sup>104</sup> BRANDÃO, C.G. **Propriedades físico-químicas dos cimentos endodônticos resinosos SEALER 26, e dos experimentais, SEALER PLUS E MBP, comparadas às do óxido de zinco e eugenol**. 1999. 150 f. Dissertação (Mestrado) - Faculdade de Odontologia de Bauru, Universidade de São Paulo, 1999.

<sup>105</sup> THE BRITISH STANDAR BS. **British standard specification for dental root canal sealing material**. London. British standard institution, 1988.

---

<sup>106</sup> ULRICH, J.M.; MOSER, J.B.; HEURMA, M.A. The rheology of selected root canal Sealer cements. **Journal of Endodontics**, Baltimore, v.4, p.373-379, 1978.

<sup>107</sup> GROSSMAN, L.I. Physical properties of root canal cements. **Journal of Endodontics**, Baltimore, v.2, n.6, p.167-75, 1976.

<sup>108</sup> FIDEL; R.A.S.; FIDEL, S. R.; SPANÓ, J.C.E.; BARBIN, E.L.; PÉCORÁ, J.D. Tempo de endurecimento de alguns cimentos endodônticos que contêm hidróxido de cálcio. **Revista Brasileira de Odontologia**, Rio de Janeiro, v.3, p.16, p.30-34,1995.

<sup>109</sup> FAVA, L.R.G.; SAUNDERS, W.P. Calcium hydroxide pastes: classification and clinical indications. **International Endodontic Journal**, Oxford, v.32, v.4, p.257-282, 1999.

<sup>110</sup> SIQUEIRA, J.F.; LOPES, H.P. Mechanisms of antimicrobial activity of calcium hydroxide: a critical review. **International Endodontic Journal**, Oxford, v.32, n.5, p. 361-369, 1999.

<sup>111</sup> TRONSTAD, L.; ANDREASEN, J.O.; HASSELGREN, G.; KRISTERSON, L.; RIIS, I. pH changes in dental tissues after root canal filling with calcium hydroxide. **Journal of Endodontics**, Baltimore, v.7, n.1, p.17-21, 1980.

<sup>112</sup> DUARTE, M.A.H.; et al. Evaluation of pH and calcium íon release of tree root canal sealers, **Jornal of Endodontics**, Baltimore. V. 6, p. 389-390, 2000.

<sup>113</sup> SOUSA-NETO, M.D.; MARCHESAN, M.A.; PECORA, J.D.; BRUGNERA-JÚNIOR, A.; SILVA-SOUSA, Y.T.C.; SAQUY, P.C. Effect of Er:YAG laser on adhesion of root canal sealers. **Journal of Endodontics**, Baltimore, v.28, 185–187, 2002.

<sup>114</sup> TAGGER, M.; TAGGER E.;TJAN, A.H.L.; BAKLAND, L.K. Measurement of Adhesion of Endodontic Sealers to Dentin. **Journal of Endodontics**, Baltimore. V. 28, p351-354, 2002.

<sup>115</sup> VERZIANI, M.A.; CARVALHO, J.R.; PADILHA, M.I.A.F.; LACEY, S.; PASCON, E.A.; SOUSA-NETO, M.D. A comparative study of physicochemical properties of AHPlus and Epiphany root canal sealants. **International Endodontica Journal**, Oxford, v.39, p.464-471, 2006.

---


<sup>116</sup> CARVALHO, J.R.; GUIMARÃES, L.F.L.; CORRER-SOBRINHO, L.; PÉCORA, J.D.; SOUZA-NETO, M.D. Evaluation of solubility, disintegration, and dimensional alterations of glass ionomer root canal Sealer. **Brazilian Dental Journal**, Ribeirão Preto, v.14, p.114-118, 2003.

<sup>117</sup> Wu, M.K.; Wesselink, P.R.; Boersma, J. A 1-year follow-up study on leakage of four root canal Sealers at different thicknesses. **International Endodontic Journal**, Oxford, V 28, 185–189. 1995.


<sup>118</sup> SIQUEIRA, J.F.; RÔÇAS, I.N.; LOPES, H.P.; DE UZEDA, M. Coronal leakage of two root canal Sealers containing calcium hydroxide after exposure to human saliva. **Journal of Endodontics**, Baltimore, v.25, p.14-16, 1999.

## 8 – ANEXO

### 8.1 – Banco de dentes humanos



UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO  
Faculdade de Odontologia  
Banco de Dentes Humanos




São Paulo, 12 de agosto de 2008

Ao Comitê de Ética em Pesquisa da FOU SP:

O Banco de Dentes Humanos da FOU SP (divisão Permanentes) declara que fornecerá 120 (cento e vinte) dentes permanentes unirradiculares (incisivos e caninos superiores) necessários ao projeto de DOUTORADO intitulado “Estudo das propriedades físico-químicas de um novo cimento obturador endodôntico” sob responsabilidade do pesquisador abaixo citado, pertencente ao curso de Doutorado em Ciência e Tecnologia de Materiais.

Pesquisador(a) responsável: Alailson Domingos dos Santos  
Número UNESP - 1200002127

Obs.: Os dentes só serão liberados após vossa aprovação.

  
Sérgio Brossi Botta  
Coordenador Discente BDH-FOUSP

## 9- APÊNDICE

### 9. 1 - Artigos completos publicados em periódicos:

#### ARTICLE IN PRESS

##### Setting time and thermal expansion of two endodontic cements

Alaísson D. Santos, DDS, MS,<sup>a</sup> Eudes B. Araújo, DDS, MS, PhD,<sup>b</sup>  
Keizo Yukimitu, DDS, MS, PhD,<sup>b</sup> José C. Barbosa,<sup>c</sup> João C. S. Moraes DDS, MS, PhD,<sup>d</sup> Ilha  
Solteira and Jaboticabal, Brazil  
STATE UNIVERSITY OF SÃO PAULO

The purpose of this study was to evaluate the setting time and the thermal expansion coefficient of 2 endodontic cements, MTA-Angelus and a novel cement called CER. The setting time was determined in accordance to ANSI/ADA specifications no. 57. Three samples of 10 mm diameter and 2 mm thickness were prepared for each cement. The thermal expansion measurements were performed by strain gauge technique. Four samples of each cement were prepared using silicone rings of 5 mm diameter and 2 mm thickness. The data were analyzed statistically using the Student *t* test. The setting time obtained for the MTA-Angelus and CER cements was 15 (SD 1) min and 7 (SD 1) min, respectively. The linear coefficient of thermal expansion was 8.86 (SD 0.28)  $\mu\text{strain}/^{\circ}\text{C}$  for MTA-Angelus and 11.76 (SD 1.20)  $\mu\text{strain}/^{\circ}\text{C}$  for CER. The statistical analysis showed significant difference ( $P < .05$ ) in the setting time and linear coefficient of thermal expansion between the 2 cements. The CER cement has a coefficient of expansion similar to dentin, which could contribute to a decrease of microleakage degree. (Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod 2008;xx:xxx)

Since its approval in 1998 by the U.S. Food and Drug Administration, mineral trioxide aggregate (MTA) has been widely used in clinical endodontics as root-end filling. Until then, the materials used as root-end filling were cements based on calcium hydroxide,<sup>1</sup> amalgam,<sup>2</sup> intermediate restorative material (IRM),<sup>2,3</sup> and glass ionomer.<sup>4</sup>

Mineral trioxide aggregate was described for the first time in 1993 by Lee et al.,<sup>5</sup> who demonstrated its sealing ability. Since that time, it has been widely investigated, and the results confirm that it has excellent physical,<sup>2,6</sup> chemical,<sup>2,6</sup> and biologic<sup>7,8</sup> properties.

One of the difficulties reported by clinicians when using MTA is its poor handling characteristic and lengthy setting time.<sup>9</sup> Recently, we developed a new cement, CER,<sup>10</sup> which is a formulation composed of Portland cement in a gel with water, barium sulphate, and an emulsifier whose function is to improve handling properties. The name CER is from "cimento endodôntico rápido," or "fast endodontic cement" in English. Our previous study showed that CER has the same ability as

MTA-Angelus (Angelus Soluções Odontológicas, Londrina, Brasil) to release hydroxyl and calcium ions.<sup>10</sup>

Among the properties that the root-end filling cements should have, the setting time must be appropriate to the clinical intervention, and the thermal expansion coefficient of the material should be compatible with that of the teeth. According to Torabinejad et al.,<sup>2</sup> the ideal condition would be for the material to set as soon as it is placed in the root-end cavity. This condition would allow dimensional stability of the material after placement and less time for an unset material to be in contact with vital tissues. Efforts have been accomplished in the sense of minimizing the apical leakage. Bullard et al.<sup>11</sup> suggest a relationship between thermal expansion coefficient of restorative materials and degree of microleakage. Furthermore, they affirm that although there are other factors contributing to the microleakage, the coefficient of thermal expansion should be considered to be a leading factor.

Among the methods used to determine the coefficient of thermal expansion, the strain gauge is a very interesting alternative method. Strain gauges are very sensitive as well as accurate, easy to use, and of low cost. This method was used for the first time in dental composites by Vershuis et al.<sup>12</sup>

The purpose of the present work was to study the setting time and thermal expansion of CER and to compare them with those of MTA-Angelus materials.

#### MATERIAL AND METHODS

##### Setting time

The study of setting time was based on ANSI/ADA specification no. 57. Samples were prepared for each

Supported by CNPq, CAPES, and FUNDUNESP. Prime matter Portland cement supplied by Hokiim do Brasil and MTA cement supplied by Angelus Soluções Odontológicas.

<sup>a</sup>Department of Physics and Chemistry, Ilha Solteira.

<sup>b</sup>Associate Professor, Department of Physics and Chemistry, Ilha Solteira.

<sup>c</sup>Professor, Department of Exact Sciences, Jaboticabal.

<sup>d</sup>Professor, Department of Physics and Chemistry, Ilha Solteira.

Received for publication Nov 7, 2007; returned for revision Apr 18, 2008; accepted for publication Apr 20, 2008.

1079-2104/\$ - see front matter

© 2008 Mosby, Inc. All rights reserved.

doi:10.1016/j.tripleo.2008.04.021

cement using a stainless steel ring of 10 mm internal diameter and 2 mm thickness. The specification demands only 3 samples, but the setting times cannot differ by more than  $\pm 5\%$ . The MTA-Angelus was mixed with distilled water on a glass plate with a steel spatula in the proportion recommended by the manufacturer. For CER, the procedure was the same, but the proportion was 0.1 mL liquid to 300 mg powder. This proportion gives the mixture a “putty” consistency. The assembly, comprising mold and test material, was placed on a metal block in a cabinet at  $37^\circ\text{C}$  and a relative humidity between 95% and 100%. The setting time was measured by lowering an indenter needle (Gillmore) onto the surface of the sample every 30 s until the needle failed to make a complete circular indentation in the test material. The Gillmore needle is a cylindrical device with a mass of  $100.0 \pm 0.5$  g and a flat tip  $2.0 \pm 0.1$  mm in diameter. The setting time was the period of time that elapsed from start of mixing to when the needle failed to penetrate the surface of the material.

#### Thermal expansion

Four samples for each cement were prepared using silicone rings of 5 mm diameter and 2 mm thickness. The procedure to prepare the cement pastes was the same used in the setting time study, maintaining the same liquid-to-powder ratio. The samples were then maintained for 1 week at  $37^\circ\text{C}$  and relative humidity between 95% and 100%. Afterward, strain gauges (KFG-02-120-C1-11; Kyowa, Tokyo, Japan) were bonded in the surface of samples (Fig. 1) according to the manufacturer’s recommendations.

For the thermal expansion measurements, a Wheatstone half-bridge circuit was used to eliminate the thermal expansion of the strain gauge itself. The Wheatstone bridge is composed of 4 resistive elements, and when it is balanced the voltage output ( $V_g$ ) is zero. When 2 resistances of the circuit are submitted to temperature variation, the output is:

$$V_g = \frac{E}{4} K(e_a - e_{ref})$$

where  $e_a$  and  $e_{ref}$  are thermal expansion of sample/strain gauge and reference/strain gauge sets, respectively. Quartz was used as reference material, because it has a low linear coefficient of thermal expansion ( $0.5 \mu\text{strain}/^\circ\text{C}$ ).

The experiments were carried out in an oven controlled between room temperature and  $85^\circ\text{C}$ . A chromel-alumel thermocouple was used to control the temperature in the oven. The reading was made at every  $5^\circ\text{C}$  in a Transducer indicator (TMDA model; Sorsotec Instrumentação Industrial, Ilha Solteira, Brazil). Each

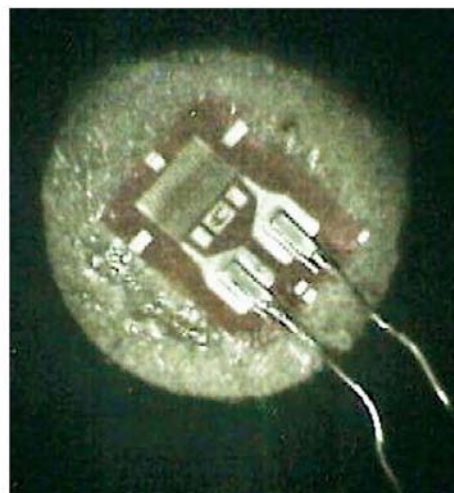


Fig. 1. Sample with bonded strain gauge.

sample was thermocycled 5 times between room temperature and  $85^\circ\text{C}$ . Only the last 3 cycles were considered to determine the thermal coefficient of each sample. The measurements corresponding to the first 2 cycles were not considered, owing to the release of residual stresses and of unreacted water during the process of cement hydration. The data were collected only during the temperature increase.

The data of setting time and thermal expansion coefficient were submitted to 1-way analysis of variance by F test.

#### RESULTS

Table I summarizes the results obtained from the study regarding setting time and thermal expansion with the CER and MTA-Angelus cements. The setting time for CER cement is shorter than that of MTA-Angelus ( $P < .01$ ). The linear coefficient of thermal expansion was determined from the slope of the thermal expansion (strain) versus temperature graph. All of the strain-temperature curves showed a high degree of linearity (correlation coefficient  $r > 0.99$ ). There was no significant difference ( $P > .05$ ) in the coefficient of linear expansion between the 2 materials analyzed.

#### DISCUSSION

Torabinejad et al.,<sup>2</sup> studying the setting time of several root-end filling materials, obtained a time of 2 h 30 min for MTA. Lee et al.<sup>13</sup> affirmed that buccal environment factors as acid pH may affect the properties of MTA



## ARTICLE IN PRESS

OOOOE

Volume xx, Number x

Santos et al. 63

Table I. Mean values of setting time and thermal expansion coefficient ( $\alpha$ ), standard deviations (SD), and F tests for material comparisons

Material	Setting time (min)		$\alpha$ ( $\mu\text{strain}/^{\circ}\text{C}$ )	
	Mean	SD	Mean	SD
CER	7.25	0.25	11.54	1.95
MTA-Angelus	14.28	0.49	10.90	2.90
F test	489.31* ( $P < .01$ )		0.17** ( $P > .05$ )	

\*Significant.

\*\*Not significant.

during setting, owing to its long setting time. A possible disadvantage that prevents MTA from being acceptable as the ideal root-end filling material is its long setting time.<sup>14-16</sup> The setting time obtained for CER cement was 7 min, half the time obtained for MTA-Angelus. This time is sufficient for clinical procedures when CER is used as root-end filling material. Furthermore, because many environmental factors may affect the properties of cement during setting,<sup>13</sup> the shorter setting time of CER is an advantage compared with the MTA cements.

The linear coefficients of thermal expansion ( $\alpha$ ) presented in Table I were obtained from thermal output of quartz/cement set (equation 1). Because the thermal expansion of the quartz is 1/22 of the studied cements, it was disregarded in the calculation of the cements's coefficients. There was no significant difference between  $\alpha$  obtained for the 2 cements. Hengchang et al.<sup>17</sup> obtained an average value of  $\alpha = 10.59 \pm 2.38$   $\mu\text{strain}/^{\circ}\text{C}$  for dentin using human teeth of different age groups. So there is no significant difference between the values of  $\alpha$  of CER, MTA-Angelus, and dentin.

Temperature fluctuations in the oral environment are caused by dietary habits. Palmer et al.,<sup>18</sup> studying the temperature extremes produced orally by ingesting hot and cold liquids, suggested a range of 0°C to 67°C. The temperature variations in the buccal environment cause contraction and expansion of the tooth and the restoration, and, owing to the fact that they have different coefficients of thermal expansion, a gap can form between the cavity walls and the repair material.<sup>19</sup> Bullard et al.<sup>11</sup> studied the effect of thermal expansion coefficient on microleakage and concluded that there is a correlation between microleakage and coefficient of thermal expansion. Therefore, from the present findings we can expect that both cements provide a good sealing of communication pathway between the root canal system and the external surface of the tooth, which could reduce microleakage.

Although the results of this study and our previous investigation of ion release<sup>10</sup> indicate that CER may have some advantages over MTA, further studies are necessary to more suitably evaluate the material.

## REFERENCES

- Tagger M, Tagger E, Kfir A. Release of calcium and hydroxyl ions from set endodontic sealers containing calcium hydroxide. *J Endod* 1988;14:88-91.
- Torabinejad M, Hong CU, McDonald F, Pitt Ford TR. Physical and chemical properties of a new root-end filling material. *J Endod* 1995;21:349-53.
- Owadhly ID, Pitt Ford TR. Effect of addition of hydroxyapatite on the physical properties of IRM. *Int Endod J* 1994;27:227-32.
- Chong BS, Ford TRP, Watson TF. The adaptation and sealing ability of light-cured glass ionomer retrograde root fillings. *Int Endod J* 1991;24:223-32.
- Lee SJ, Moon JM, Torabinejad M. Sealing ability of a mineral trioxide aggregate for repair of lateral root perforations. *J Endod* 1998;19:541-4.
- Torabinejad M, Watson TF, Ford TRP. Sealing ability of a mineral trioxide aggregate when used as a root end filling material. *J Endod* 1999;19:391-5.
- Huaman CH, Love RM. Biocompatibility of dental materials used in contemporary endodontic therapy: a review. Part 2. Root-canal filling materials. *Int Endod J* 2003;36:147-60.
- Camilleiri J, Ford TRP. Mineral trioxide aggregate: a review of the constituents and biological properties of the material. *Int Endod J* 2006;38:747-54.
- Camilleiri J, Montesi FE, Di Silvio L, Ford TRP. The chemical constitution and biocompatibility of a dental Portland cement for endodontic use. *Int Endod J* 2005;38:834-42.
- Santos AJ, Moraes JCS, Araújo EB, Yukimizu K, Valério Filho WV. Physico-chemical properties of MTA and a novel experimental cement. *Int Endod J* 2005;38:443-7.
- Bullard RH, Leinfelder KF, Russel CM. Effect of thermal expansion on microleakage. *J Am Dent Assoc* 1988;116:871-4.
- Versakis A, Douglas WH, Sakaguchi RL. Thermal expansion coefficient of dental composites measured with strain gauges. *Dent Mater* 1996;12:290-4.
- Lee YL, Lee BS, Lin FH, Lin AY, Lin WH, Lin CP. Effects of physiological environments on the hydration behavior of mineral trioxide aggregate. *Biomaterials* 2004;25:787-93.
- Bottoluzzi EA, Broom NJ, Duarte MAH, Demarchi ACCO, Bramante MB. The use of a setting accelerator and its effect on pH and calcium ion release of mineral trioxide aggregate and white Portland cement. *J Endod* 2006;32:1194-7.
- Bo ES, Hatton JF, Stewart GP. Chemical modification of Pro-Root MTA to improve handling characteristics and decrease setting time. *J Endod* 2007;33:123-14.
- Wilbark KB, Schwartz SA, Schindler WG. Effect of selected accelerants on the physical properties of mineral trioxide aggregate and Portland cement. *J Endod* 2007;33:1235-8.
- Hengchang X, Wang L, Tang W. Measurement of thermal expansion coefficient of human teeth. *Aust Dent J* 1989;34:370-5.
- Palmer DS, Bisco MT, Billy ET. Temperature extremes produced orally by hot and cold liquids. *J Prosthet Dent* 1992;67:527.
- Kraft L, Ergqvist H, Hermarsson L. Early-age deformation, drying shrinkage and thermal dilation in a new type of dental restorative material based on calcium silicate cement. *Cement Concrete Res* 2004;34:439-46.

## Reprint requests:

Professor João Carlos Silva Moraes  
Departamento de Física e Química  
UNESP  
Av. Brasil 56  
(13585-000) Ilha Solteira,  
São Paulo, Brazil  
jcsa@dfq.fis.unesp.br

---

## NOVEL ENDODONTIC CEMENT AS ROOT-CANAL FILLING: STUDY OF PHYSICO-CHEMICAL PROPERTIES

**J C S Moraes<sup>1</sup>, A D Santos<sup>1</sup>, P H Santos<sup>2</sup>**

<sup>1</sup> Department of Physics and Chemistry, UNESP, Ilha Solteira, São Paulo, Brazil

<sup>2</sup> Department of Odontological Materials and Prosthesis, UNESP, Araçatuba, São Paulo, Brazil

joca@dfq.feis.unesp.br

**ABSTRACT:** The physico-chemical properties of a widely used root-canal filling cement and an experimental material have been studied. The evaluated properties were setting time, solubility, bonding strength, and micro-hardness. The setting time and solubility were determined in accordance with the American Dental Association (ADA) specification #57. The bonding strength was assessed through push-out method and the micro-hardness by indentation testing method. There was no significant difference observed in the bonding strength of both materials. On the other hand, a smaller setting time, a larger micro-hardness, and less solubility was observed for the experimental cement than for the commercial material.

### INTRODUCTION

The most common material used to seal the communication between the root canal system and the external surface of the tooth is the mineral trioxide aggregate (MTA). MTA is a white or gray fine hydrophilic particle powder made up of tricalcium silicate, tricalcium oxide, tricalcium aluminate and silicate oxide compounds [1]. It is essentially Portland cement with bismuth oxide added for radiopacity. It is commercially available as ProRoot MTA (Dentsply Tulsa Dental, Tulsa, OK, USA) and MTA-Angelus (Angelus Soluções Odontológicas, Londrina, Brazil). We developed a new root-end filling cement (CER) and the first studies were reported recently [2].

MTA has been widely investigated both in vivo and in vitro and the results confirm its excellent physical [3], chemical [3], and biological [4] properties when used as root-end filling. One of its main properties is the ability to stimulate hard tissue formation [4]. Some studies using the MTA as root-canal filling material have been accomplished [5-7], demonstrating that it exhibited better biological properties when compared to other root filling materials. However, some of the MTA cement's physical properties should be modified in order to facilitate its use as such. In this sense, we developed an experimental composite (Sealer CER) to be used as root-canal filling cement, with the Portland cement in its formulation.

The purpose of this study was to evaluate the setting time, solubility, bonding strength, and micro-hardness of the experimental cement and to compare them with the well established and widely used Sealer 26 cement.

### MATERIALS AND METHODS

Sealer 26 (Dentsply Ind. Com. Ltda, Petrópolis, RJ, Brazil) is a powder-liquid system, the liquid is epoxy resin and the powder contains calcium hydroxide, bismuth trioxide, titanium dioxide, and hexamethylenetetramine. The material was mixed in accordance with

the manufacturer's recommendations. Sealer CER is also a powder-liquid system and the liquid is epoxy resin, while the powder is a mixture of Portland cement, barium sulphate, and hexamethylenetetramine. The experimental cement was prepared mixing 0.30 g of liquid to 0.25 g of powder.

The setting time and solubility were performed in accordance with the American Dental Association (ADA) specification #57. For the measurement of setting time, three samples were prepared using a stainless steel ring of 10 mm internal diameter and 2 mm thickness. The assembly, comprising mold and test material, was placed on a metal block in a cabinet at 37 °C and a relative humidity (RH) between 95 and 100%. The setting time was measured lowering an indentor needle (Gillmore) onto the surface of the sample at every 30 s until the needle failed to make a complete circular indentation in the test material. For solubility, two samples were prepared using split ring molds of 1.5 mm thickness and 20 mm internal diameter. The filled molds were kept in the same cabinet at the same temperature and humidity condition for a period of time 50% longer than the setting time. Then, the samples were removed from the flask, weighed and placed in Erlenmeyer with 70 mL of distilled water such that the surfaces did not touch the flask walls. After 24 h they were removed from the flask and washed with a small amount of fresh distilled water, allowing the washings to drain back into the flask. The water in the flask was evaporated without boiling and then the flask was cooled in a desiccator and reweighed. The weight loss of each sample contained in the flask, expressed as percentage of the original mass, was taken as the solubility.

The bond strength of the cement to dentin was assessed by the push-out method with an EMIC (model DL3000) testing machine. The measurement was performed at a cross-head speed of 5 mm/min by using a 200 kgf load cell. The test specimens were prepared following the methodology used by Caravia and Barbero [8]. For this, twenty dentine slices, 4 mm thick, obtained from the roots of extracted teeth were used and a hole of 1.4 mm was made at the center of each slice. The specimens were separated in two groups, from which ten were filled with Sealer 26 and ten with sealer CER.

For the hardness test, three samples for each cement were prepared using a brass mold of 10 mm internal diameter and 2 mm thickness. The filled molds were left to set in the cabinet at 37 °C and a RH between 95 and 100%. One side of each sample was polished with silicon carbide paper (#200, #400 and #600) to obtain parallelism and surface of adequate quality for microscopic investigation. The measurements were performed in a micro-hardness tester (Shimadzu, model HMT-2T) using a load of 980.7 mN and 30 s dwell time. A Vickers diamond indentor produced one impression with two orthogonal diagonals equal in length. The Vickers hardness (HV) is determined as follows:

$$HV = 0.1891 \frac{F}{d^2}$$

where  $F$  is the load in Newtons and  $d$  the arithmetic mean of the two diagonals. Ten indentations were made in each sample surface resulting in a whole of 60 measurements.

## RESULTS AND DISCUSSION

The results obtained are illustrated in Table 1. Significant difference between the two materials was observed for the setting time, solubility, and micro-hardness. The setting time for Sealer CER is 35% smaller than Sealer 26. The setting time of both cements is appropriate for clinical use and is in agreement with the recommended values (no more than 72 h at 37 °C and 100% RH) by the British Standard BS 6934 (1988). The setting time measured for Sealer 26 disagrees with the value obtained from the manufacturer's information insert (12 h). Although there is significant difference between the solubility of both materials, the obtained values are much smaller than that observed in non-resinous cements [9-11].

To express the bond strength in MPa, the load in Newton was divided by the area of bonded interface ( $A = 2\pi rh$ ). Significant difference was not observed for the bonding strength of materials. Although there are several methodologies to evaluate the adhesion of root-canal sealers, none has yet been accepted. Consequently, different values of bonding strength for the same material are reported in the literature. For example, Tagger *et al.* evaluated the bonding strength of some sealers using shear method and obtained the Sealer 26 ( $4.89 \pm 3.24$ ) MPa.

The liquid-powder used for Sealer 26 was of 0.6, a smaller value than Sealer CER (1.2). This difference could justify the difference observed in the micro-hardness values. Another influential factor is the size of the powder particles. As a detailed composition of the Sealer 26 powder is unavailable, it is impossible to conduct a comparison to know if the size of particles explains the observed difference.

**Table 1:** Setting time, solubility, bonding strength, and micro-hardness of two studied cements

Material	Setting time (h)	Solubility (%)	Bonding strength (MPa)	Micro-hardness (N/mm <sup>2</sup> )
Sealer CER	33.0 ± 0.8	0.01 ± 0.01	23 ± 7	32 ± 3
Sealer 26	51.0 ± 0.6	0.07 ± 0.02	28 ± 5	26.3 ± 2.3

The Sealer CER was significantly less soluble, reached more micro-hardness value and set more quickly. These differences in the analyzed endodontic cements could be explained by the differences observed in the chemical composition.

## REFERENCES

- [1] SJ Lee, M Monsef, M Torabinejad, Sealing ability of a mineral trioxide aggregate for repair of lateral root perforations, *Journal of Endodontics* 19, 541-544, 1993.
- [2] AD Santos, JCS Moraes, EB Araújo, K. Yukimitu, and WV Valério Filho, Physico-chemical properties of MTA and a novel experimental cement, *International Endodontic Journal* 38, 443-447, 2005.
- [3] NK Sarkar, R Caicedo, P Ritwik, R Moiseyeva, I Kawashima, Physicochemical basis of the biologic properties of mineral trioxide aggregate, *Journal of Endodontics* 31, 97-100, 2005.
- [4] J Camilleri and TR Pitt Ford, Mineral trioxide aggregate: a review of the constituents and biological properties of the materials, *International Endodontic Journal* 39, 747-754, 2006.
- [5] R Holland, V Souza, MJ Nery, JA Otoboni Filho, PFE Bernabé, and E Dezan, Reaction of dog's teeth to root canal filling with mineral trioxide aggregate or a glass ionomer sealer, *Journal of Endodontics* 25, 728-730, 1999.
- [6] PJ Vizgirda, FR Liewehr, WR Patton, JC McPherson, and TB Buxton, A comparison of laterally condensed gutta-percha, thermoplasticized gutta-percha, and mineral trioxide aggregate as root canal filling materials, *Journal of Endodontics* 30, 103-106, 2004.
- [7] SR Panzarini, R Holland, V Souza, WR Poi, CK Sonoda, D. Pedrini, Mineral trioxide aggregate as a root canal filling material in reimplanted teeth. Microscopy analysis in monkeys, *Dental Traumatology* 23, 265-272, 2007.
- [8] LG Caravia and EG Barbero, Influence of humidity and setting time on the push-out strength of mineral trioxide aggregate, *Journal of Endodontics* 32, 894-896, 2006.

- 
- [9] FRS McMichen, G Pearson, S Rahbaran, and K Gulabivala, A comparative study of selected physical properties of five root-canal sealers, *International Endodontics Journal* 36, 629-635, 2003.
- [10] JR Carvalho Jr, L Correr Sobrinho, A B Correr, MAC Sinhoreti, S Consani, and MD Souza Neto. Solubility and dimensional change after setting of root canal sealers: a proposal for smaller dimensions of test samples, *Journal of Endodontics* 33, 1110-1116, 2007.
- [11] G Danesh, T Dammaschke, HUV Gerth, T Zandbiglari, and E Schäfer. A comparative study of selected properties of ProRoot mineral trioxide aggregate and two Portland cements. *International Endodontic Journal* 39, 213-219, 2006.

---

**ESTUDO DE LIBERAÇÃO DE ÍONS DE UM NOVO CIMENTO EXPERIMENTAL  
OBTURADOR DE CANAL DENTÁRIO**

Santos, A.D.; Moraes, J.C.S.; Castro, G.R.; Sostena, M.M.D.S.

Alailson.domingos@yahoo.com.br

Departamento de Física e Química, Av. Brasil 56, 15385-000 Ilha Solteira – SP  
UNESP - Campus de Ilha Solteira

**RESUMO**

*Este trabalho tem como proposta estudar a liberação de íons de um novo cimento obturador endodôntico, cujos resultados foram comparados com aqueles obtidos com o cimento comercial Sealer26. Para tanto, tubos de plásticos preenchidos com pasta de cimento foram armazenados em soluções aquosas, onde foram mantidos por diferentes tempos. Após cada tempo de imersão, as soluções foram utilizadas para medidas de pH, condutividade iônica e concentração de íons cálcio. Estas medidas foram realizadas usando pHmetro QUIMIS, condutímetro DIGIMED e espectrômetro de absorção atômica, respectivamente. Os dois cimentos liberaram íons hidroxila e cálcio. Nas primeiras 24 h, o cimento experimental liberou o dobro de íons cálcio que o Sealer26, aumentando a condutividade elétrica rapidamente e também o pH da solução aquosa devido à liberação de íons hidroxila. Os resultados obtidos permitem concluir que o cimento experimental libera íons que podem contribuir para formação de tecido mineralizado.*

Palavras chaves: cimento endodôntico, liberação de íons, Sealer26.

**INTRODUÇÃO**

O *mineral trioxide aggregate* (MTA) tem sido um dos materiais endodônticos mais estudados nos últimos anos. O MTA é basicamente composto de clínquer (matéria prima utilizada na fabricação de cimento Portland) e óxido de bismuto, que quando misturado com água forma uma pasta de consistência farinhosa. Este

---

material é selar comunicações entre meio interno e externo do dente e o seu sucesso é por possuir excelentes propriedades físicas, químicas e biológicas. Atualmente tem-se tentando utilizar o MTA como cimento obturador endodôntico (1,2). Porém, para que isso seja possível é imperativo que a pasta de cimento possua uma consistência adequada para a obturação endodôntica, sem alterar significativamente suas propriedades físicas, químicas e biológicas. Dentre as propriedades biológicas é fundamental que o material obturador estimule a formação de tecido mineralizado e que tenha poder antimicrobiano.

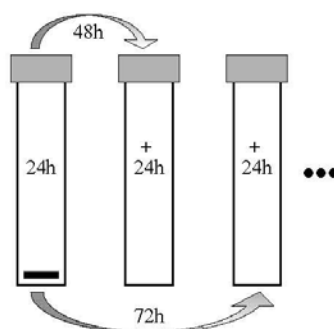
Buscando aproveitar as excelentes propriedades do MTA e resolver as dificuldades de seu uso como cimento obturador, foi desenvolvido um novo cimento obturador endodôntico experimental (CEOE). O cimento é um sistema pó/líquido, o líquido é uma resina epóxi enquanto o pó é composto de clínquer e sulfato de bário. Neste trabalho, apresentam-se os resultados de um estudo comparativo de liberação de íons cálcio e hidroxila do CEOE e do cimento comercial Sealer 26® (Dentisply Indústria e Comércio Ltda. Petrópolis, RJ).

#### MATERIAIS E MÉTODOS

Como não há metodologia específica para o estudo da liberação de íons, muitas metodologias são utilizadas havendo uma variação muito grande com relação às dimensões da amostra, tempo de armazenamento em solução aquosa, etc. Aqui se adotou a mesma metodologia sugerida por Brandão (3), por entender que ela é mais próxima daquilo que ocorre no meio bucal.

Foram preparadas 10 amostras para cada material, utilizando tubos plásticos com medidas de 1 mm de diâmetro interno e 10 mm de comprimento, os quais foram preenchidos com os cimentos a serem analisados. As amostras foram imersas em frascos contendo 10 ml de água deionizada. Os valores de pH, condutividade e concentração de íons cálcio da água deionizada foram previamente medidos. O conjunto, frasco com amostra, foi levada a uma cabine com temperatura e umidade relativa controlada,  $37 \pm 1^\circ\text{C}$  e 95-100%, respectivamente. Após as primeiras 24 h, cada amostra foi retirada do frasco que a continha e transportada para outro frasco contendo também 10 mL de água deionizada (Fig. 1). Nesta nova solução, a amostra foi mantida por mais 24 h, perfazendo assim 48 h de contato da amostra com o meio aquoso. Repetiu-se o processo até completar o período de 120 h. Fato

relevante é que essa metodologia permite observar até quando este material continuaria liberando íons cálcio e hidroxila, uma vez que as trocas de soluções aquosas impedem que se atinja a saturação.



**Fig. 1:** Metodologia utilizada para preparação de soluções para medidas de pH, condutividade e liberação de íons Ca.

As soluções aquosas que deixaram de conter a amostra foram transferidas para um béquer de 5 mL onde foram efetuadas as medidas de pH e condutividade utilizando um pHmetro QUIMIS, modelo Q-400 e um condutivímetro DIGIMED, modelo CD20, respectivamente. A medida de condutividade da solução foi realizada para assegurar que o cálcio liberado estava na forma iônica. As medidas de liberação de íons cálcio foram obtidas em um espectrômetro VARIAN, modelo SPECTRAA 55 B, utilizando-se a linha de emissão mais intensa do cálcio, em 422,7 nm. Para eliminar interferências que mascaram a quantidade de  $\text{Ca}^{2+}$  na solução utilizou-se 19 mL de óxido de Lantânio em 1mL de solução. As soluções foram colocadas em um béquer para serem aspiradas. O combustível usado para a chama foi o ar-acetileno. Para determinação da quantidade em ppm de íons cálcio na solução foi levantada uma curva de calibração utilizando padrões de 0, 1, 2, 3, 4, e 5 ppm de Ca.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

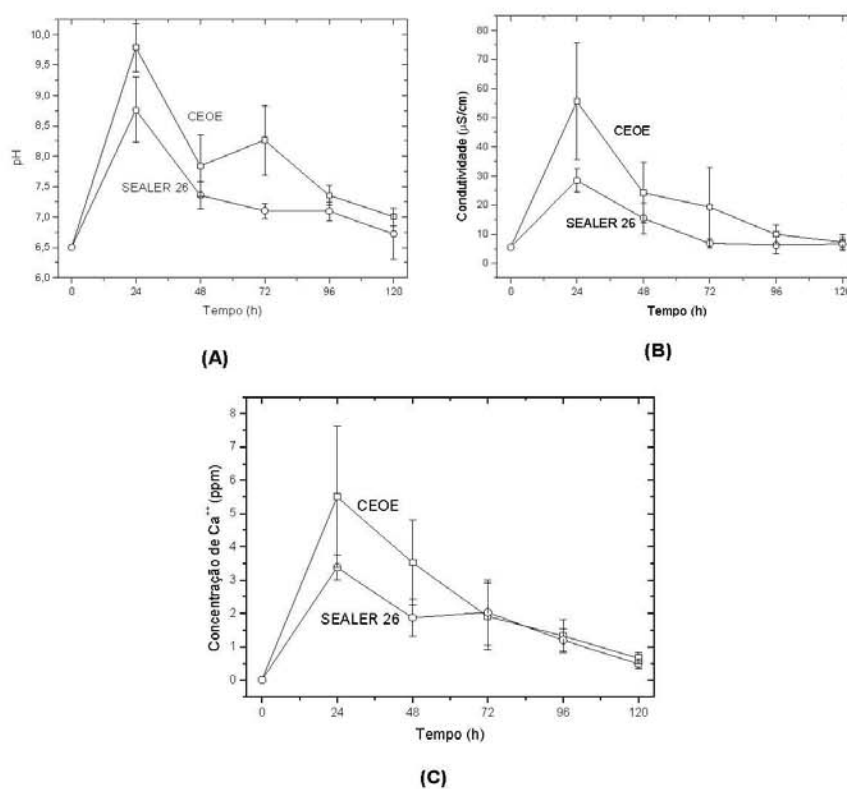
Os resultados obtidos no estudo de liberação de íons dos cimentos GEOE e Sealer26 são apresentados na figura 2. Nas primeiras 24 h, os resultados mostram que o cimento GEOE libera quase o dobro de  $\text{Ca}^{2+}$  do que o Sealer26 (Fig. 2C), aumentando a condutividade elétrica (Fig. 2B) rapidamente e também o pH (Fig. 2A)



da solução aquosa devido à liberação de íons  $\text{OH}^-$ . O expressivo aumento no pH da solução nas primeiras 24h indica que ambos seladores liberam íons  $\text{OH}^-$ . Portanto, podemos concluir que ambos possuem poder antimicrobiano.

O comportamento observado na condutividade (Fig. 2B) é o mesmo que aquele da concentração de íons cálcio (Fig. 2C), indicando que o cálcio na solução aquosa está na forma iônica.

O valores do pH, condutividade e concentração de cálcio da solução que continha o cimento CEOE tem valores superiores às do cimento Sealer26 nas primeiras 24 horas.



**Fig. 2:** (A) pH, (B) condutividade e (C) concentração de íons cálcio dos cimentos CEOE e Sealer26 em função do tempo.

---

Ambos os cimentos comportam-se da mesma forma, liberando grande quantidade de íons nas primeiras horas, e tendendo a liberar cada vez menos, como pode ser observado no intervalo entre 24 e 96h. O tempo de presa, medidos por nós, dos cimentos CEOE e Sealer26 é  $(33\pm 1)$  s e  $(50,8\pm 0,8)$  s, respectivamente. Observe que a liberação de íons cálcio cai muito após ambos tomarem presa e que, mesmo endurecendo antes, o CEOE libera mais que o Sealer26 até as primeiras 72h.

As medidas indicam ainda que ambos os cimentos continuam liberando íons  $\text{Ca}^{2+}$  e  $\text{OH}^-$  até pelo menos 120 h após a primeira imersão. Estes resultados vêm de encontro aos obtidos por DUARTE et al. (4) e DA SILVA et al. (5) que também mostraram que o cimento Sealer 26 promove liberação de íons cálcio e hidroxila.

#### CONCLUSÕES

Dos resultados obtidos podemos concluir que o cimento experimental CEOE libera íons hidroxila e cálcio, demonstrando que o material quando usado em tratamento endodôntico possui poder antimicrobiano e poderá induzir a formação de barreira de tecido mineralizado promovendo uma selagem biológica. Estudos complementares de propriedades biológicas poderão comprovar efetivamente esta capacidade do material.

#### AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem a HOLCIM do Brasil pelo fornecimento de pó de clínquer e os órgãos de fomento CAPES, CNPq, FAPESP e FUNDUNESP pelo apoio financeiro. Agradecimentos ao João Batista Mariano de Carvalho pelo suporte técnico nas medidas de concentração de íons.

#### REFERÊNCIAS

1. VIZGIRDA, P.J.; LIEWEHR, F.R.; PATTON, W.R.; MCPHERSON, J.C.; BUXTON, T.B. A comparative of laterally condensed gutta-percha, thermoplasticized gutta-percha and mineral trioxide aggregate as root canal filling materials. *Journal of Endodontics*, v.30, n.2, p.103-106, 2004.

- 
2. HOLLAND, R.; SOUZA, V.; NERY, M.J.; OTOBONI FILHO, J.A.; BERNABÉ, P.F.E.; DEZAN JR, E. Reaction of dogs'teeth to root canal filling with mineral trioxide aggregate or a glass ionomer sealer. *Journal of Endodontics*, v.25, n.11, p.728-730, 1999.
  3. BRANDÃO, C.G. *Propriedades físico-químicas dos cimentos endodônticos resinosos SEALER 26, e dos experimentais, SEALER PLUS E MBP, comparadas às do óxido de zinco e eugenol*. 1999, 150 p., Dissertação - Faculdade de Odontologia de Bauru, USP, Bauru.
  4. DUARTE, M.A.H.; DEMARCHI, A.C.C.; GIAXA, M.H.; KUGA, M.C.; FRAGA, S.C.; SOUZA, L.C.D. Evaluation of pH and calcium ion release of tree root canal sealers, *Jornal of Endodontics*, v. 6, n. 7, p. 389-390, 2000.
  5. SILVA, L.A.B.; LEONARODO, M.R.; SILVA, R.S.; ASSED, S.; GUIMARÃES L.F.L. Calcium hydroxide root canal sealers: evaluation of pH, calcium ion concentration and conductivity. *International Endodontic Journal*, v.30, n.3, p.205-209, 1997.

#### STUDY OF IONS RELEASE OF A ROOT CANAL FILLING EXPERIMENTAL ENDODONTIC CEMENT

##### ABSTRACT

The aim of this work is to study the ions release of a novel root canal filling cement and to compare the results with those of Sealer26 cement. Therefore, plastic tubes with cement paste were stored in aqueous solution where were kept at different times. After each immersion time, the solutions were used to determine the pH, conductivity and calcium ions concentration. The measurements were performed with QUIMIS pH meter, DIGIMED conductivimeter, and VARIAN atomic spectrophotometer, respectively. For first 24 h the experimental cement released twice more calcium ions than Sealer26, increasing rapidly the electrical conductivity and also the pH of aqueous solution due to hydroxyl ions release. From results we

---

can conclude that the experimental cement releases ions that can to induce hard tissue formation.

Palavras chaves: cimento endodôntico, liberação de íons, Sealer26.

---

**ESTUDO COMPARATIVO DA ADESIVIDADE DE DOIS CIMENTOS  
ENDODÔNTICO: SEALER26 E CIMENTO EXPERIMENTAL**

Santos, A.D.<sup>1</sup>; Moraes, J.C.S.<sup>1</sup>; Sostena, M.M.D.S.<sup>1</sup>; Santos, P.H.<sup>2</sup>

Departamento de Física e Química, Av. Brasil 56, 15385-000 Ilha Solteira – SP

Alailson.domingos@yahoo.com.br

(1) UNESP - Campus de Ilha Solteira; (2) UNESP - Campus de Araçatuba

**RESUMO**

*O objetivo desta investigação foi avaliar a adesividade de um novo cimento usado para obturação de canal dentário, cujos resultados foram comparados com àqueles obtidos com cimento comercial Sealer26. A adesividade foi avaliada através de ensaios mecânicos, pela metodologia push-out, usando uma Máquina de Ensaio Universal a uma taxa de 5 mm/min. Estatisticamente não há diferença significativa ( $p = 0.2509$ ) entre os valores de adesividade dos dois cimentos, 24,62 (6,70) MPa para o cimento experimental e 28,03 (5,35) MPa para Sealer26. Este estudo demonstra que o cimento experimental adere às paredes do canal dentinário de forma semelhante ao cimento comercial.*

Palavra-Chave: cimento endodôntico, adesividade, teste push-out, Sealer26.

**INTRODUÇÃO**

A adesividade às paredes do canal é uma das mais importantes propriedades que os cimentos obturadores endodônticos devem apresentar. É definida como a força que une duas substâncias quando colocadas em íntimo contato (1). Durante o tratamento endodôntico, principalmente em casos de necrose pulpar, faz-se necessário a eliminação total de bactérias e toxinas do interior do conduto para posterior obturação endodôntica. Ocasionalmente produtos do processo infeccioso podem permanecer no interior dos canalículos dentinários. Se não houver uma selagem hermética destes canalículos poderá ocorrer transporte destas toxinas ou bactérias para a região do periápice

---

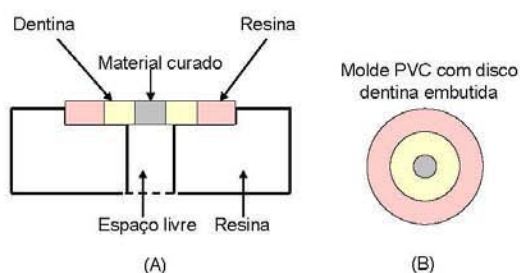
levando ao insucesso do tratamento. Portanto, o estudo da adesividade dos materiais endodônticos está intimamente relacionado com as propriedades de selagem e infiltração marginal destes materiais. O objetivo deste trabalho foi fazer uma avaliação comparativa da adesividade dos cimentos Sealer26<sup>®</sup> (Dentisply Indústria e Comércio Ltda. Petrópolis, RJ), usado rotineiramente em endodontia, e do cimento endodôntico obturador experimental (CEOE), sintetizado pelo Grupo Vidros e Cerâmicas da UNESP- Ilha solteira.

#### MATERIAIS E MÉTODOS

A adesividade dos dois materiais endodônticos foi determinada através de teste de resistência a cisalhamento pelo método *push-out* (2). Foram preparadas 10 amostras para cada cimento. Para tanto, vinte dentes humanos incisivos centrais permanentes tiveram suas coroas seccionadas na altura da junção cimento-esmalte. Das raízes remanescentes, foram seccionados (perpendicularmente ao eixo longitudinal da raiz) discos de dentina com espessura de 4 mm. Estes discos foram embutidos com resina acrílica em moldes de PVC de 4 mm de espessura e 11 mm de diâmetro interno (Fig. 1B). A superfície, de cada corpo de prova contendo o disco de dentina, foi lixada com lixas 211 e 600. Os discos de dentina foram então perfurados na região central com uma broca cilíndrica de diâmetro igual a 1,4 mm. Estas perfurações foram preenchidas com os cimentos (Fig. 1B) a serem testados com o auxílio de um motor de baixa rotação e compactador de MacSpadem.

Os corpos de prova foram então levados a cabine com temperatura e umidade controlada (37<sup>o</sup>C e 95%, respectivamente), por um tempo 3 vezes superior ao seu tempo de presa. Após este período, cada corpo de prova foi posicionado num dispositivo de polietileno, previamente preparado, com uma cavidade circular de 2 mm de profundidade na qual o molde de PVC se ajusta perfeitamente (Fig. 1A). No centro da base do dispositivo onde o molde é alojado, foi feita uma perfuração de 4 mm de diâmetro que coincide com o canal radicular preenchido com o cimento. Todo o conjunto foi então levado a uma máquina de ensaio universal onde uma ferramenta de aço cilíndrica, previamente preparada com 20 mm de comprimento e com uma ponta

cilíndrica e plana de 1,3 mm de diâmetro, foi posicionada sobre o cimento a ser testado.



**Fig. 1:** Esboço do (A) dispositivo e (B) corpo de prova utilizado para o teste *push-out*.

Os ensaios foram feitos numa máquina universal da EMIC, modelo DL 3000, com célula de carga de 200 Kgf, configurada com velocidade de 5 mm/min.

A adesividade (A) é determinada em MPa, segundo a seguinte equação:

$$A = \frac{gF}{2\pi rh}$$

onde  $F$  é a força aplicada em Kgf e  $2\pi rh$  é a área da superfície de contato entre material e dentina. No nosso caso,  $r$  é o raio do furo feito em cada disco de dentina (= 1,4 mm) e  $h$  é a espessura do disco (= 4 mm). O valor da aceleração da gravidade ( $g$ ) foi adotado como sendo 9,807 m/s<sup>2</sup>.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

A tabela 1 mostra os resultados obtidos dos testes de cisalhamento dos cimentos CEOE e Sealer26.

**Tabela 1** - Adesividade dos cimentos CEOE e Sealer26, em MPa.

Material	A1	A2	A3	A4	A5	A6	A7	A8	A9	A10	Média	SD
CEOE	15,87	23,77	21,66	13,44	26,63	33,44	20,29	19,5	36,76	23,56	24,62	6,70
Sealer26	28,35	28,77	25,40	22,40	34,49	22,23	23,17	34,67	34,67	26,48	28,03	5,35

Pela análise estatística dos resultados, percebe-se que não há diferença significativa entre os dois resultados ( $p = 0,2509$ ), mostrando que os dois materiais têm adesividade compatível com seu uso. Tagger et al. (1) mediram a adesividade do Sealer26 e obtiveram um valor ( $4,89 \pm 3,24$  MPa) de quase seis

---

vezes menor do que aquele obtido por nós. A diferença pode ser explicada pela metodologia empregada na preparação dos corpos de prova. Como a aplicação do material é no interior do canal, a metodologia utilizada por nós (*push-out*) é a mais adequada.

A adesividade dos cimentos obturadores endodônticos estão relacionadas com os problemas de infiltração marginal (3). Estudos complementares de infiltração marginal estão sendo realizados com este cimento experimental para confirmação desta relação.

#### CONCLUSÃO

Os resultados obtidos indicam que o material experimental CEOE promove uma adesão às paredes da dentina igual ao material comercial Sealer26. A habilidade de selagem do CEOE só poderá ser comprovada após medidas de infiltração marginal.

#### AGRADECIMENTO

Os autores agradecem a HOLCIM do Brasil pelo fornecimento de pó de clínquer e os órgãos de fomento CAPES, CNPq, FAPESP e FUNDUNESP pelo apoio financeiro. Agradecimentos ao Gilberto Antonio de Brito pelo suporte técnico.

#### REFERENCIAS

1. TAGGER M; TAGGER E; TJAN AHL; BAKLAND LK. Measurement of Adhesion of Endodontic Sealers to Dentin. *Journal of Endodontics*, v.28, n.5, p.351-354, 2002.
2. UNGOR M; ONAYL EO; ORUCUGLU H. Push-out bond strengths: the Epiphany–Resilon endodontic obturation system compared with different pairings of Epiphany, Resilon, AH Plus and gutta-percha. *International Endodontic Journal*, v. 39, n.8, p.643–647, 2006.
3. Ørstavik D; Eriksen HM; Beyer-Olsen EM. Adhesive properties and leakage of root canal sealers in vitro. *International Endodontic Journal*, v.16, n.2, p.59–63, 1983.



---

**COMPARATIVE STUDY OF ADHESIVITY OF TWO ENDODONTIC  
CEMENTS: SEALER26 AND EXPERIMENTAL CEMENT**

**ABSTRACT**

The objective of this investigation was to evaluate the adhesivity of a novel root canal filling cement and to compare it with Sealer 26 cement. The push-out strength tests were performed in an universal testing machine at a cross-head speed of 5 mm/min. There was no significant difference ( $p = 0.2509$ ) between the adhesivity values of two cements,  $(24.62 \pm 6.70)$  MPa for experimental cement and  $(28.03 \pm 5.35)$  MPa for Sealer26. This study showed that the experimental cement bond promoted an adhesion similar to the commercial cement.

Key-words: endodontic cement, adhesivity, push-out strength, Sealer26.

---

17º CBECIMat - Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, 15 a 19 de Novembro de 2006, Foz do Iguaçu, PR, Brasil.

Key-words: Thermal expansion, porosity, reason liquid/powder, endodontic sealer.

## EXPANSÃO TÉRMICA E POROSIDADE DO CIMENTO CER EM FUNÇÃO DA RELAÇÃO PÓ/LÍQUIDO

A. D. Santos<sup>1</sup>, L. Lofego<sup>1</sup>, J. C. S. Moraes<sup>1</sup>, C. V. Santilli<sup>2</sup>  
alailson.domingos@yahoo.com.br

<sup>1</sup> Depto de Física e Química, UNESP – Campus de Ilha Solteira,  
15385-000 Ilha Solteira – SP

<sup>2</sup> Instituto de Química - UNESP – Campus de Araraquara

### RESUMO

*O cimento CER foi desenvolvido pelo Grupo Vidros e Cerâmicas (UNESP – campus de Ilha Solteira), com o intuito de selar comunicações entre o meio interno e externo dos dentes. A proposta deste trabalho foi estudar a influencia da razão pó/líquido na expansão térmica e na porosidade deste cimento, usando pó do cimento com tamanhos de partículas abaixo de 25  $\mu\text{m}$  e 38  $\mu\text{m}$ . Para o estudo de expansão térmica, foram preparadas amostras com 10 mm de diâmetro e 2 mm de espessura com as seguintes proporções líquido/pó: 140 $\mu\text{l}$ /600mg, 150 $\mu\text{l}$ /600mg e 160 $\mu\text{l}$ /600mg. As medidas foram realizadas usando a técnica extensometria. Para a porosidade, foram preparadas duas amostras para cada relação pó/líquido, com 13 mm de diâmetro interno e 5 mm de espessura. As medidas foram através da técnica de intrusão de mercúrio sob alta pressão. Os resultados indicam que o volume de poros no material depende da proporção pó-líquido, mas não afeta a expansão térmica do material.*

Palavra chave: Expansão térmica, porosidade, relação líquido/pó, cimento endodôntico.

### INTRODUÇÃO

O cimento endodôntico CER foi concebido para selar comunicações entre o meio interno e externo dos dentes. O CER possui um menor tempo de presa e uma

melhor consistência de trabalho quando comparado aos cimentos semelhantes disponíveis no mercado (ProRoot MTA e MTA-Angelus). Os cimentos utilizados para tais fins devem apresentar certas propriedades como biocompatibilidade, tempo de presa adequado, selabilidade, baixa solubilidade, resistência mecânica, boa radiopacidade, promover reparo tecidual, entre outras. Os primeiros estudos com o CER demonstram que o material possui algumas propriedades físico-químicas semelhantes ao cimento MTA-Angelus<sup>1,2</sup>. O CER é composto basicamente de pó de clínquer e um gel que confere a mistura uma melhor consistência de trabalho e tempo de presa adequado.

Dentre as propriedades físicas dos cimentos endodônticos, a solubilidade e resistência mecânica estão relacionadas com a porosidade<sup>3</sup> e, a selabilidade com a expansão térmica do material<sup>4</sup>. O volume de poros no cimento afeta as suas propriedades físicas, principalmente quando em contato com líquidos tissulares. Por outro lado, material com coeficiente de expansão térmica diferente da dentina pode provocar o aparecimento de infiltrações entre a o cimento e a parede da raiz. Leinfelder *et al.*<sup>5</sup>, sugerem que infiltrações entre a superfície do dente e o material restaurador podem ser controladas com materiais de baixo coeficiente de expansão térmica. Estudos com o cimento CER, mostraram que ele possui coeficiente de expansão térmica igual ao da dentina<sup>1</sup>.

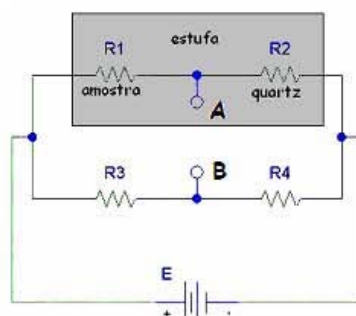
A proposta deste trabalho foi avaliar a porosidade e a expansão térmica do cimento CER, ambas em função da variação da relação pó/líquido, usando pó de cimento com tamanhos de partículas abaixo de 25 e de 38  $\mu\text{m}$ .

#### MATERIAL E MÉTODOS

Para os estudos propostos neste trabalho, as amostras de cimento foram preparadas nas proporções de pó-líquido 0,233, 0,25, 0,267 e 0,283  $\mu\text{l}/\text{mg}$ . Para cada proporção, foram utilizados pós de cimento contendo partículas com duas diferentes regiões de tamanhos, menor que 25 e 38  $\mu\text{m}$ .

No estudo de expansão térmica pela técnica de extensometria<sup>6</sup>, foram preparadas amostras com 2 mm de espessura e 10 mm de diâmetro. As amostras foram mantidas, em uma cabine, à temperatura de 37°C e umidade relativa entre 95 e 100%, durante uma semana. Após este período, foram colados extensômetros (KFG-02-120-C1-11, KYOWA) na superfície das amostras de acordo com as orientações do fabricante.

As medidas de expansão térmica foram feitas entre as temperaturas ambiente e 60°C. Para eliminar a expansão térmica do próprio extensômetro, utilizou-se uma amostra de quartzo como referência em um circuito meia ponte de Wheatstone (Fig. 1).



**Figura 1:** Circuito meia ponte utilizado no estudo de expansão térmica.

No circuito acima, quando as duas resistências sofrem variação de temperatura, a tensão entre A e B, é dada por:

$$V_{\varepsilon} = \frac{E}{4} K (\varepsilon_a - \varepsilon_q) \quad (A)$$

sendo  $\varepsilon_a$  e  $\varepsilon_q$  a deformação térmica do conjunto amostra-extensômetro e quartzo-extensômetro, respectivamente.

O sistema (amostra e quartzo, ambos com extensômetro) foi colocado no interior de uma estufa odontológica, e as leituras no indicador de deformação foram feitas a cada 3°C. A temperatura foi controlada por um termopar de Cromel-Alumel. Para cada amostra foram realizados sete ciclos de medidas, os dois primeiros ciclos foram desprezados, pois nesta fase tensões na amostra, na película de cola e no extensômetro são eliminadas. O indicador de deformação usado foi um TRANSDUTEK, Modelo T.832.

A porosidade foi determinada pela técnica de intrusão de mercúrio a alta pressão<sup>7</sup>. Foram preparadas duas amostras de 13 mm de diâmetro e 5 mm de espessura. As amostras foram mantidas por uma semana a temperatura de 37°C e umidade relativa entre 95 e 100%. O experimento foi realizado num porosímetro Auto-Pore III (Micrometrics) que permite trabalhar com pressões de até 413,7 MPa. Antes das medidas serem realizadas, as amostras foram mantidas a 110 °C por 48 h. Inicialmente a pressão interna da câmara foi mantida com pressão de 7 Pa por

cinco minutos, em seguida iniciou-se a intrusão de mercúrio, variando a pressão entre 4 KPa e 275,8 MPa.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Tabela 1 resume os resultados obtidos do estudo de porosidade e expansão térmica.

**Tabela 1** – Porosidade e coeficiente linear de expansão térmica ( $\alpha$ ) do CER em função da proporção líquido/pó.

Relação líquido/pó ( $\mu\text{l}/\text{mg}$ )	Tamanhos de partículas <25 $\mu\text{m}$		Tamanhos de partículas <38 $\mu\text{m}$	
	Porosidade (%)	$\alpha$ ( $\mu\text{strain}/^\circ\text{C}$ )	Porosidade (%)	$\alpha$ ( $\mu\text{strain}/^\circ\text{C}$ )
0.233	39 $\pm$ 2	13,4 $\pm$ 0,1	34 $\pm$ 2	15,2 $\pm$ 0,3
0.250	39 $\pm$ 1	14,1 $\pm$ 0,3	36,3 $\pm$ 0,6	12,4 $\pm$ 0,2
0.267	42 $\pm$ 4	12,0 $\pm$ 0,4	38 $\pm$ 1	11,9 $\pm$ 0,4
0.283	46 $\pm$ 2	13,2 $\pm$ 0,2	44 $\pm$ 3	12,3 $\pm$ 0,2

Observa-se que, independente do tamanho das partículas, ocorre um aumento de poros quando se aumenta a proporção líquido/pó da pasta. Estes resultados vêm de encontro aos obtidos por Fridland *et al.*<sup>3</sup> no estudo com o cimento ProRoot MTA. Porém, não se observa acentuada variação da porosidade com a ampliação da região de tamanhos de partículas. O aumento do volume de emulsão, de 140 para 170  $\mu\text{l}$ , fez aumentar em 18% a porosidade do material com tamanho de partículas menores de 25  $\mu\text{m}$  e em 29% no material com partículas menores de 38  $\mu\text{m}$ . A maioria das amostras analisadas, independente das proporções de líquido/pó, possuem poros com diâmetros entre 0.1 e 1  $\mu\text{m}$ .

Considerando a similaridade entre o cimento CER e os cimento Portland e MTA, podemos utilizar os conhecimentos adquiridos com estes cimentos para entender os dados obtidos com o nosso cimento. Poros e capilares são formados logo que se inicia o processo de hidratação. Como no cimento Portland, quando se aumenta a quantidade de água, a porosidade da mistura aumenta. Quando o cimento curado entrar em contato com ambiente aquoso ocorrerá perda de peso deste cimento pelo efeito osmótico<sup>8</sup>. Esta perda é principalmente devido a solubilidade do hidróxido de cálcio presente no cimento endurecido<sup>2,8</sup>. A liberação de íons cálcio pelos cimentos seladores endodônticos é fundamental para a formação

de tecidos mineralizados<sup>9</sup>. Desta forma, aumento de poros pode favorecer a liberação de íons cálcio. Por outro lado, o aumento de poros pode prejudicar a selabilidade do material. Além disso, a quantidade de gel a ser incorporada na mistura é limitada pela sua perda de consistência de manuseio do material.

Os resultados de expansão térmica não mostraram uma tendência de variação no coeficiente de expansão térmica quando se aumenta a quantidade de gel na mistura. Entretanto, os valores obtidos, estão próximos dos valores de expansão da dentina,  $(11 \pm 2 \mu\text{strain}/^\circ\text{C})^{10}$ , isso pode levar a uma diminuição na infiltração marginal entre este material e as paredes do dente, quando usado como retroobturador.

#### CONCLUSÃO

Os resultados obtidos mostram que a quantidade de gel na mistura do cimento CER afeta o volume de poros no cimento endurecido, mas não alterou de forma significativa o seu coeficiente de expansão térmica. Somente com estes estudos não é possível definir a proporção pó/líquido uma vez outras propriedades devem ser também otimizadas.

#### AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem a Holcim S.A pelo fornecimento de clínquer e a CAPES, CNPq e FAPESP pelo suporte financeiro. Agradecimentos também ao Ricardo José Giagio e Gilberto Antonio de Brito pelo apoio técnico.

#### REFERENCIAS:

- 1- SANTOS, A.D. **Estudo de propriedades físicas e químicas de um novo cimento selador endodôntico**. Dissertação (mestrado) – Faculdade de engenharia de Ilha Solteira, Universidade Estadual Paulista, Ilha Solteira, 2004.
- 2- SANTOS, A. D.; MORAES, J. C. S.; ARAÚJO, E. B.; YUKIMITU, K. and VALÉRIO FILHO, W. V. Physico-Chemical properties of MTA and a novel experimental cement. **International Endodontic Journal**, 38, p.443-447, 2005.
- 3- FRIDLAND M. and ROSADO R. Mineral trioxide aggregate (MTA) solubility and porosity with different water-to-powder ratios. **Journal of endodontics**, v.29, n.12, p.814-817, 2003.

---

17º CBECIMat - Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, 15 a 19 de Novembro de 2006, Foz do Iguaçu, PR, Brasil.

4- BULLARD, R. H.; LEINFELDER, K.F.; RUSSEL, C.M. Effect of thermal expansion on microleakage. *Journal of the American Dental Association*. 116, p.871-874, 1988.

5- LEINFELDER, K.F.; RUSSEL, C.M.; THORNTON, R.J.; COWEN, R.G.; WALKER, C.K. Efficacy of the dentin bonding agents: their effectiveness in reducing microleakage. *Journal of Alabama Dental Association*. 70, p.13-20, 1986.

6- Measurements of thermal expansion coefficient using strain gages. Measurements Group; Tech Note # TN-513. 1986.

7- COOK, R. A. HOVER, K. C.; Mercury porosimetry of hardened cement pastes. *Cement and Concrete Research*. 29, p.933-943. 1999.

8- Neville A. M., *Propriedades do concreto*, p.289 e 384.

9-HOLLAND, R.; SOUZA, V.; NERY, M.J.; et al. Reaction of rat connective tissue to implanted dentin tube filled with mineral trioxide aggregate, Portland cement or calcium hydroxide. *Brazilian Dental Journal*. 12, p.3-8, 2001.

10- HENCHANG, X.; WENGI, L.; TONG, W. Measurements of thermal expansion coefficient of human teeth. *Aust. Dent. Journal*. 34, p.530-535, 1989.

#### TÍTULO EM INGLÊS

#### ABSTRACT

The CER cement was developed by the Group of glasses and Ceramics of the UNESP – Ilha Solteira, with the function to seal off the pathways of communication between the root canal system and the external surface of the tooth. The purpose of this study was to study the porosity and thermal expansion of CER when mixed with different gel-to-powder ratios and different particle sizes. For thermal expansion study, one sample with 10 mm of diameter and 2 mm of thickness were prepared for each gel-to-powder ratio (0,233, 0,250, 0,267 e 0,283 µl/mg) and for each particle size (<25 µm and <28 µm). The measurements were performed by strain gage technique. For the porosity two samples for each gel-to-powder and particle size were prepared using a mold of 8 mm internal diameter and 8 mm height. The porosity and thermal expansion were studies performed by mercury intrusion porosimetry method. The results show that the amount of gel used in mixture preparing has effect on the porosity of the CER cement. On the other hand, the thermal expansion doesn't depend of gel-to-powder ratio.



---

17º CBECIMat - Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, 15 a 19 de Novembro de 2006, Foz do Iguaçu, PR, Brasil.

radios were prepared for hardness testing using a micro-hardness tester (Shimadzu). The Vickers hardness was performed with 980,7 mN load and 30 s dwell time. The results point to that the setting time and hardness properties are strongly influenced by the powder-liquid ratio.

Key-words: setting time, hardness, mineral trioxide aggregate.

## TEMPO DE PRESA E MICRODUREZA DO CIMENTO CER EM FUNÇÃO DA PROPORÇÃO PÓ-LÍQUIDO

L. Lofego, A. D. Santos, J. C. S. Moraes

Av. Brasil 56, (15.385-000) Ilha Solteira, São Paulo, Brasil

lealofego@bol.com.br

Departamento de Física e Química - UNESP Campus de Ilha Solteira

### RESUMO

*Recentemente, desenvolvemos o cimento endodôntico CER que possui duas propriedades que vem solucionar os problemas apresentados pelos cimentos disponíveis comercialmente. A proposta deste trabalho foi estudar o efeito da proporção pó-líquido sobre o tempo de presa e na dureza do material. Para o estudo do tempo de presa, utilizamos a norma no.57 da ANSI/ADA. Foram confeccionadas cinco amostras para cada relação pó-líquido (0,233, 0,250, 0,277 e 0,283 µl/600mg), usando pó de clínquer com partículas menores que 25µm. A análise de microdureza Vickers foi realizada no equipamento HMV 2000 - Shimadzu, utilizando carga de 980,7 mN por 30 segundos. Os resultados indicam que as propriedades tempo de presa e dureza são fortemente influenciadas pela proporção pó-líquido.*

Palavras-chave: tempo de presa, dureza, mineral trioxide aggregate, CER.

### INTRODUÇÃO

A terapia endodôntica tem atingido alto índice de sucesso graças ao avanço científico e tecnológico que propicia ao endodontista a solução da maioria dos casos. Na área de desenvolvimento de novos materiais, o *mineral trioxide aggregate* (MTA) foi lançado em 1999 como um selador endodôntico e, desde então, tem sido amplamente investigado e os resultados vem confirmando que o mesmo possui excelentes propriedades físicas<sup>1,2,3,4</sup>, químicas<sup>1,2,3,4</sup> e biológicas<sup>3,5,6,7,8,9</sup>. O MTA é um pó fino, branco ou cinza, com partículas hidrofílicas composto de silicato tricálcio,

aluminato tricálcio, óxido tricálcio e óxido de silicato<sup>10</sup>. Ele é encontrado comercialmente com o nome ProRoot MTA (Dentsply Tulsa Dental, Tulsa, Ok, USA). Recentemente, o cimento selador MTA-Angelus (Angelus Soluções Odontológicas, Londrina, Brasil) foi lançado no mercado brasileiro. Este material é composto de 80% de cimento Portland e 20% de óxido de bismuto<sup>9</sup>. Duas dificuldades são observadas pelos profissionais que os utilizam, sendo elas o tempo de presa elevado e o difícil manuseio de trabalho. Este fato motivou o grupo Vidros e Cerâmicas (UNESP - Campus de Ilha Solteira) a desenvolver um novo cimento endodôntico, intitulado CER. Ele é constituído basicamente de clínquer, sulfato de bário e uma emulsão que tem a função de dar à mistura uma melhor consistência de trabalho. Estudos *in vitro* mostraram que o CER tem as mesmas propriedades físico-químicas apresentadas pelos dois cimentos comercialmente disponíveis<sup>11,12</sup>. Este fato estimula a continuidade dos estudos com o CER e dá perspectivas de introduzi-lo comercialmente com todas as características desejáveis e ideais que um cimento selador deve ter. As características do MTA curado dependem do tamanho de partículas, da razão pó-líquido, da temperatura e umidade e, da quantidade de ar aprisionado na mistura<sup>13</sup>. FRIDLAND et al.<sup>14</sup>, estudando a influência da razão pó-líquido nas propriedades do MTA, observaram que um aumento na quantidade de água promove uma perda na consistência do material, além de aumentar a porosidade e a solubilidade. Desta forma, este trabalho tem como objetivo estudar a influência da relação líquido/pó no tempo de presa e na dureza do cimento CER.

#### MATERIAIS E MÉTODOS

A proporção líquido/pó foi definida em função da consistência de trabalho da mistura. Foram confeccionadas cinco amostras para cada relação pó-líquido (140, 150, 160 e 170 µl de emulsão para 600 mg de pó clínquer), usando pó clínquer com tamanhos de partículas menores que 25 µm. Para tanto, utilizamos um anel de aço inoxidável de 10 mm de diâmetro interno e 2 mm de espessura. Para a espatulação da mistura, utilizamos uma espátula de aço inox e uma placa de vidro. Os anéis de aço foram preenchidos com o cimento, estando os mesmos acomodados sobre uma lâmina de microscópio. Após o preenchimento, uma outra lâmina de vidro foi colocada sobre o anel para regularizar a superfície da amostra. Todo preparo das amostras foi feito em ambiente com temperatura próxima a 25°C. O conjunto lâmina-anel-lâmina foi depositado sobre um bloco metálico contido numa cabine com

temperatura de  $(37 \pm 1)^\circ\text{C}$  e umidade relativa entre 95% e 100%.

As medidas de tempo de presa foram feitas de acordo com a especificação nº 57 da ANSI/ADA. Nela, o tempo de presa ou de cura é o tempo desde o início da espatulação até o endurecimento do material. O controle desse endurecimento é feito observando-se a penetração da agulha de Gillmore na superfície da amostra. A agulha de Gillmore tem uma massa de 100 g e extremidade achatada de 2 mm de diâmetro. Durante a medida, a amostra é mantida dentro da cabine. No procedimento, após 2 minutos do início da espatulação, a agulha foi baixada verticalmente sobre a superfície da amostra, repetindo-se o procedimento até que a agulha não mais deixasse marcas na superfície do material. A agulha foi sempre limpa com papel absorvente após cada contato.

Para as medidas de microdureza Vickers, foram utilizadas três das cinco amostras de cada relação pó-líquido, confeccionadas para as medidas de tempo de presa. A superfície de cada amostra foi polida com lixas 600, 1000 e 1200. Os testes de micro-dureza foram realizados no durômetro HMV 2000, da marca Shimadzu, equipado com um *indenter* para teste de dureza Vickers, utilizando carga de 980,7 mN por 30 segundos. Em cada amostra foram feitas 10 indentações.

## RESULTADOS E DISCUSSÕES

Os resultados obtidos com o estudo de tempo de presa em função da razão líquido/pó estão resumidos na Tabela 1.

**Tabela 1:** Medidas de tempo de presa (SD = desvio padrão).

Relação líquido/pó (µl/mg)	Tempo de Presa (min)					Média	SD
	A <sub>1</sub>	A <sub>2</sub>	A <sub>3</sub>	A <sub>4</sub>	A <sub>5</sub>		
0,233	6,5	5,5	6,5	6,5	5,5	6,1	0,5
0,250	8,0	8,5	8,0	8,5	8,5	8,3	0,3
0,267	9,5	9,5	8,5	9,0	8,5	9,0	0,5
0,283	11,5	11,5	11,5	11,0	11,5	11,5	0,2

O valor médio do tempo de presa obtido das cinco amostras de cada proporção líquido/pó estudada está informado na penúltima coluna. Na última coluna, os respectivos valores dos desvios padrões. Os resultados mostram um aumento no tempo de presa em função do aumento da razão líquido/pó. Quando se compara as proporções extremas, um aumento de 21,4% no volume de gel fez com que

houvesse um aumento de 88,5% no tempo de presa. Apesar do aumento observado nas proporções estudadas, não foi observada diferença significativa entre os valores obtidos com as proporções 0,250 e 0,267  $\mu\text{l}/\text{mg}$ , as quais proporcionaram à mistura uma melhor consistência de trabalho quando comparada às outras duas proporções.

Segundo Bernabé e Holland<sup>15</sup> é desejável que o material endureça o mais rapidamente possível para evitar que sofra contrações significativas. Grossman et al.<sup>16</sup> reporta que uma das desvantagens do material possuir um tempo de presa longo é que, em contato com o líquido tecidual, ele poderá ser removido do preparo enquanto está tomando presa. Lee et al.<sup>17</sup> afirmam ainda que as propriedades dos materiais com tempo de presa longo poderão ser influenciadas pelo meio com os quais estão em contato.

A Tabela 2 resume os resultados dos testes de dureza. Pelos valores obtidos observa-se uma acentuada redução quando se aumenta a quantidade de gel na mistura. A microdureza em função do aumento proporção líquido/pó teve comportamento contrário daquele observado no tempo de presa. O aumento de 21.4% do volume de gel acarretou em uma diminuição de 49% na dureza do material. Não foi observada diferença significativa nos valores de dureza entre as proporções 0,267 e 0,283  $\mu\text{l}$ .

**Tabela 2:** Valores médios e respectivos desvio padrão da dureza do cimento CER.

Relação líquido/pó ( $\mu\text{l}/\text{mg}$ )	Dureza ( $\text{N}/\text{mm}^2$ )				
	A1	A2	A3	Média	SD
0,233	123	133	129	128	5
0,250	85	86	78	83	6
0,267	93	76	75	81	10
0,283	57	71	61	63	7

## CONCLUSÕES

Podemos concluir deste estudo que a quantidade de gel incorporada na mistura deve ser limitada para evitar perda de sua consistência de manuseio e da dureza do material. Conseqüentemente, para o material CER a proporção adequada é de 0,250  $\mu\text{l}$  de emulsão para cada miligrama do pó de clínquer.

## AGRADECIMENTOS

---

17º CBECIMat - Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, 15 a 19 de Novembro de 2006, Foz do Iguaçu, PR, Brasil.

Os autores agradecem a HOLCIM do Brasil pelo fornecimento de pó de clínquer e os órgãos de fomento CNPq, FAPESP e FUNDUNESP pelo apoio financeiro. Agradecimentos ao Gilberto Antonio de Brito pelo suporte técnico.

#### REFERÊNCIAS:

1. TORABINEJAD, M.; WATSON, T.F.; FORD T.R.P. Sealing ability of a mineral trioxide aggregate when used as a root end filling material. *Journal of Endodontics*, Baltimore, v.19, n.12, p.591-595, 1999.
2. TORABINEJAD, M.; HONG, C.U.; MCDONALD, F.; PITT FORD, T.R. Physical and chemical properties of a new root-end filling material. *Journal of Endodontics*, Chicago, v.21, n.7, p.349-353, 1995.
3. ABEDI, H.R.; INGLE, J.I. Mineral trioxide aggregate: a review of a new cement. *Journal of the California Dental Association*, v.26, p.36-39, 1995.
4. HERZOG-FLORES, D.S.; VELÁSQUEZ, A; GONZÁLEZ, V.M.; RODRÍGUEZ, F.J.M.; GÓMEZ, M.V.B.; BARRIENTOS, V.G. Análisis Físicoquímico del mineral trioxide aggregate (MTA) por difracción de rayos x calorimetria y microscopia electrónica dc barrido. *Revista de la Asociación Dental Mexicana*, LVII (4), p.125-31, 2000.
5. TORABINEJAD, M.; RASTEGAR, A.F.; KETTERING, J.D.; FORD, T.R.P. Bacterial leakage of mineral trioxide aggregate as a root-end filling material. *Journal of Endodontics*, v.21, p.1995.
6. HOLLAND, R.; DE SOUZA,V.; NERY, M.J.; OTOBONI, J.A.; BERNABÉ, P.F.E.; DEZAN, E. Reaction of dog's teeth to root canal filling with mineral trioxide aggregate or a glass ionomer sealer. *Journal of Endodontics*, v.25, p.728-730, 1999.
7. SCHAWARTZ, R.S.; MAUGER, M.; CLEMENT, D.J.; WALKER, W.A. Mineral trioxide aggregate: a new material for endodontics. *Journal of the American Dental Association* v.130, p.967-75, 1999.
8. HOLLAND, R.; SOUZA, V.; NERY, M.J. Calcium salts deposition in rat connective tissue after the implatation of calcium hydroxide-containing sealers. *Journal of Endodontics*, v.28, p.173-176, 2002.
9. DUARTE, M.A.H.; DEMARCHI, A.C.C.O.; YAMASHITA, J.C.; KUGA, M.C.; FRAGA, S.C. PH and calcium ion release of 2 root-filling materials. *Oral Surgery Oral Medicine Oral Pathology Oral Radiology and Endodontics*, v.95, p. 345-347, 2003.
10. LEE, S.J.; MONSEF, M.; TORABINEJAD, M. Sealing ability of a mineral trioxide aggregate for repair of lateral root perforations. *Journal of Endodontics*, v.19, p.541-544, 1993.

---

17º CBECIMat - Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, 15 a 19 de Novembro de 2006, Foz do Iguaçu, PR, Brasil.

11. SANTOS, A.D. Estudo de propriedades físicas e químicas de um novo cimento selador endodôntico. 2004. 80f. **Dissertação** (mestrado) Faculdade de engenharia de Ilha Solteira, Universidade Estadual Paulista, Ilha Solteira.
12. SANTOS, A.D.; MORAES, J.C.S.; ARAÚJO, E.B.; YUKIMITU, K.; VALÉRIO FILHO, W.V. Physico-Chemical properties of MTA and a novel experimental cement. **International Endodontic Journal**, v.38, p.443-447, 2005.
13. 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**, v.19, n.12, p.591-595, 1993.
14. FRIDLAND, M.; D.D.S.; ROSADO, R.; ENG CHEM. Mineral trioxide aggregate (MTA) solubility and porosity with different water-to-powder ratios. . **Journal of Endodontics**, v.29, p.814-817, 2003.
15. HOLLAND, R.; SOUZA, V.; NERY, M.J.; OTOBONI FILHO, J.A.; BERNABÉ, P.F.E.; DEZAN, E. Reaction of rat connective tissue to implanted dentin tubes filled with mineral trioxide aggregate or calcium hydroxide. **Journal of Endodontics**, v.25 p.161-166, 1999.
16. GROSSAMAN, L.; ABU EL NAAG, A.; PELED, M. Root-end filling material in apicoectomy: a review. **Refuat Hapeh Vehashinayim. Tel Aviv**, n.20, v.2, p.49-54, 2003.
17. LEE, Y.L.; LEE, B.S.; LIN, F.H.; LIN, A.Y.; LAN, W.H.; LIN, C.P. Effects of physiological environments on the hydration behavior of mineral trioxide aggregate. **Biomaterials**, v.25, p.787-793, 2004.

#### SETTING TIME AND MICROHARDNESS OF CEMENT CER IN FUNCTION OF RATIO POWDER-WATER

##### ABSTRACT

Recently, we developed the CER cement that it has properties that solve two difficulties reported by clinicians when using similar cements commercially available. The proposal of this work was to study the effect of the powder-liquid ratio on setting time and in the hardness of the material. The study of setting time was based on the ANSI/ADA specification No. 57. Five samples for each powder to liquid ratios (140µl/600mg, 150µl/600mg, 160µl/600mg, 170µl/600mg) were prepared using a mold of 10 mm of internal diameter and 2 mm of thickness. The particle sizes of the cement powder were smaller than 25 µm. Three specimens for each powder to liquid