

RESSALVA

Atendendo solicitação do(a) autor(a), o texto completo desta tese será disponibilizado somente a partir de 16/09/2018.



UNESP - Universidade Estadual Paulista
“Júlio de Mesquita Filho”
Faculdade de Odontologia de Araraquara



BERNARDO CESAR COSTA

**ANÁLISE DE CIMENTOS À BASE DE SILICATO DE CÁLCIO ASSOCIADO A
DIFERENTES RADIOPACIFICADORES**

Araraquara

2016



UNESP - Universidade Estadual Paulista
“Júlio de Mesquita Filho”
Faculdade de Odontologia de Araraquara



BERNARDO CESAR COSTA

**ANÁLISE DE CIMENTOS À BASE DE SILICATO DE CÁLCIO ASSOCIADO A
DIFERENTES RADIOPACIFICADORES**

Tese apresentada ao Programa de Pós-graduação em Odontologia – Área de Endodontia, da Faculdade de Odontologia de Araraquara, da Universidade Estadual Paulista para obtenção do título de Doutor em Odontologia.

Orientador: Prof. Dr. Mario Tanomaru Filho

Araraquara

2016

Costa, Bernardo Cesar

Análise de cimentos à base de silicato de cálcio associado a diferentes radiopacificadores / Bernardo Cesar Costa.-- Araraquara: [s.n.], 2016.

70 f. ; 30 cm.

Tese (Doutorado) – Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Odontologia

Orientador: Prof. Dr. Mario Tanomaru Filho

1. Materiais dentários 2. Propriedades físicas e químicas 3. Cimento de silicato I. Título

BERNARDO CESAR COSTA

**ANÁLISE DE CIMENTOS À BASE DE SILICATO DE CÁLCIO ASSOCIADO A
DIFERENTES RADIOPACIFICADORES**

COMISSÃO JULGADORA

TESE PARA OBTENÇÃO DO GRAU DE DOUTOR

Presidente e Orientador: Prof. Dr. Mario Tanomaru Filho

2° examinador: Prof. Dr.(a) Anamaria Pessoa Pereira Leite

3° examinador: Prof. Dr. Ivaldo Gomes de Moraes

4° examinador: Prof. Dr. Idomeo Bonetti - Filho

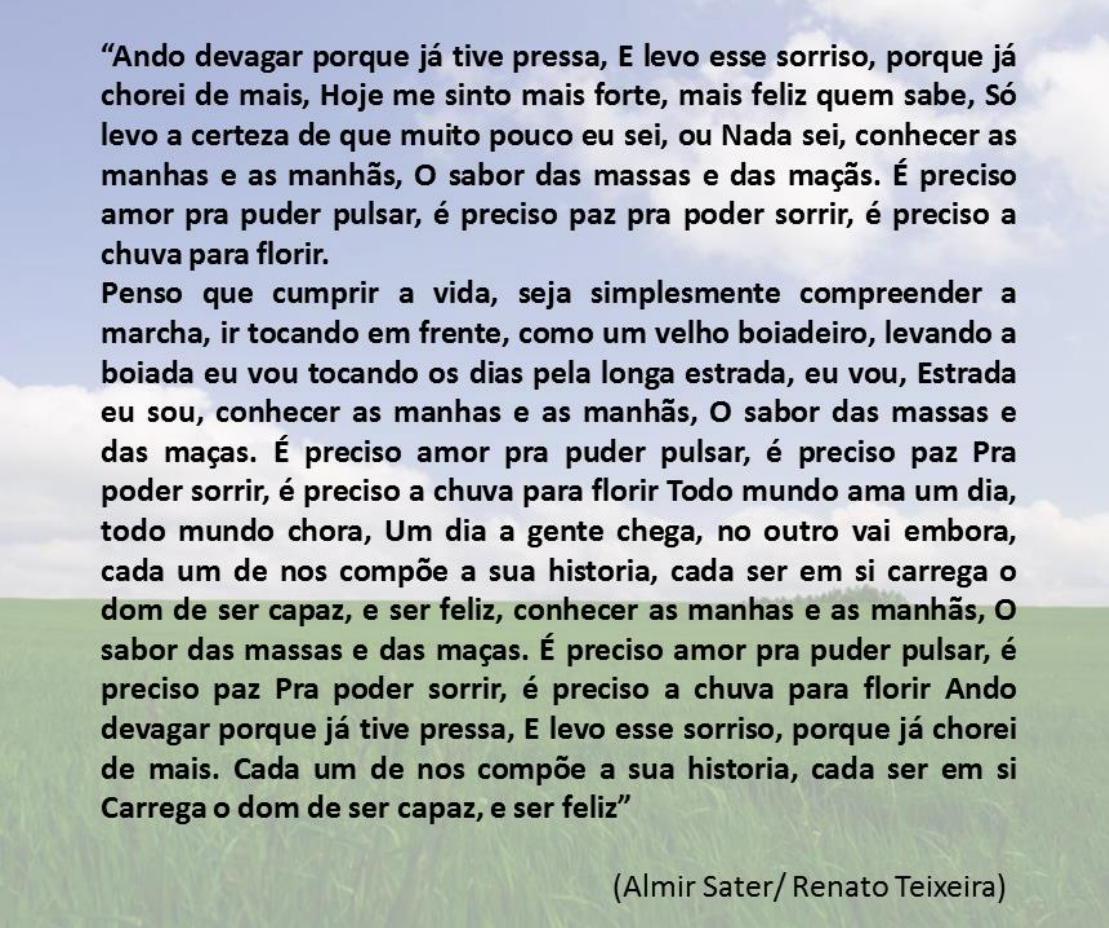
5° examinador: Prof. Dr. Renato de Toledo Leonardo

Araraquara, 16 de setembro de 2016

DADOS CURRICULARES

BERNARDO CESAR COSTA

- NASCIMENTO** 24/01/1977
- Juiz de Fora – Minas Gerais
- FILIAÇÃO** Edson Costa
- Elisabeth Cesar Costa
- 1998 – 2002** Curso de Graduação em Odontologia
- Faculdade de Odontologia de Nova Friburgo – FONF
- 2004 – 2005** Curso de especialização em Endodontia
- Faculdade de Odontologia de Bauru – FOB/USP
- 2010 – 2012** Curso de Mestrado em Clínica Odontologia – ênfase em Endodontia
- Faculdade de Odontologia de Juiz de Fora – UFJF
- 2013 – 2016** Curso de Doutorado em Odontologia – Área de Endodontia
- Faculdade de Odontologia de Araraquara – UNESP



“Ando devagar porque já tive pressa, E levo esse sorriso, porque já chorei de mais, Hoje me sinto mais forte, mais feliz quem sabe, Só levo a certeza de que muito pouco eu sei, ou Nada sei, conhecer as manhas e as manhãs, O sabor das massas e das maçãs. É preciso amor pra poder pulsar, é preciso paz pra poder sorrir, é preciso a chuva para florir.

Penso que cumprir a vida, seja simplesmente compreender a marcha, ir tocando em frente, como um velho boiadeiro, levando a boiada eu vou tocando os dias pela longa estrada, eu vou, Estrada eu sou, conhecer as manhas e as manhãs, O sabor das massas e das maçãs. É preciso amor pra poder pulsar, é preciso paz Pra poder sorrir, é preciso a chuva para florir Todo mundo ama um dia, todo mundo chora, Um dia a gente chega, no outro vai embora, cada um de nos compõe a sua historia, cada ser em si carrega o dom de ser capaz, e ser feliz, conhecer as manhas e as manhãs, O sabor das massas e das maçãs. É preciso amor pra poder pulsar, é preciso paz Pra poder sorrir, é preciso a chuva para florir Ando devagar porque já tive pressa, E levo esse sorriso, porque já chorei de mais. Cada um de nos compõe a sua historia, cada ser em si Carrega o dom de ser capaz, e ser feliz”

(Almir Sater/ Renato Teixeira)

Dedicatória

Dedico esta tese a **Deus**. Acredito que somos capazes de conquistar aquilo que faz nossos corações bater mais forte, podemos superar obstáculos extraordinariamente grandes, desmedidos. Superamos qualquer medo, quando realmente queremos uma determinada coisa e enfrentamos adversidades espinhosas quando, internamente, desejamos muito. Mas, tudo isso torna-se impossível, irrealizável sem as mãos de Deus.

À **Nossa Senhora Aparecida e Santo Antônio**, por tudo e por todas as bênçãos que venho recebendo.

Aos meus pais, **Elisabeth e Edson**, que sempre de forma sacrificante, muito honesta e exemplar me proporcionaram condições emocionais, físicas, espirituais e financeiras, oferecendo orientação, apoio, educação e muito amor, fazendo sentir-me confiante e capaz de buscar meus objetivos.

À minha esposa amada, **Janaina**, por aceitar enfrentar esse desafio ao meu lado. Mesmo nos momentos mais difíceis de saúde, dúvidas e fraquezas esteve sempre ao meu lado, sendo meu esteio, meu arrimo. Sem dúvidas, um presente de Deus na minha vida. Ao seu lado tudo se torna mais bonito, mais alegre e importante. Sem você esse momento não faria o menor sentido. Te amo.

À minha filha querida, **Maria Sophia** por quem sinto um amor imensamente profundo, verdadeiro e impossível de se medir, difícil de compreender. Você simboliza de forma muito clara a presença de Deus na minha vida. Nossa afinidade é inimaginável, tomamos banho juntos, dormimos juntos, brincamos juntos, almoçamos juntos, andamos de bicicleta... Nossa amizade, parceria, amor e carinho parece sempre ter existido. Papai te ama.

Aos meus irmãos, **Fabiana e Leonardo**, que fazem parte de mim. Caminharam ao meu lado desde a infância, em momentos de extrema alegria e de grandes tristezas, brincamos e brigamos juntos. Vocês me ensinaram como é importante aprender a dividir: dividimos brinquedos, quarto, guarda-roupas e

sentimentos de amor pelos nossos pais. Hoje no final das contas, vocês somam muito na minha vida. São exemplos de pessoas retas e amigas. Vocês representam de forma genuína o sentido de verdadeiros irmãos.

Ao meu sobrinho querido que esta chegando, **Gabriel**, que simboliza esse novo momento, um milagre que só Deus pode explicar e que chegue com muita saúde, vida e torne nossa família ainda mais feliz.

Ao meu orientador **Prof. Dr. Mario Tanomaru Filho**, por me receber de maneira sincera e humana. Seu apoio, aliado ao seu respeito e reconhecimento abriu um universo de oportunidades, gerando um crescimento pessoal e profissional sem precedentes, mostrado sempre de maneira muito clara os melhores caminhos. Sua sabedoria e capacidade de ser objetivo me fizeram ter mais foco e tudo isso aumentou ainda mais minha admiração pelo grande professor, pesquisador e, sobretudo pelo grande ser humano que você é. Sem sua ajuda não teria chegado até aqui.

Agradecimentos

Aos meus avôs, **Mario e Delorme** (in memoriam) e **João e Cecília** (in memoriam), que nos deixaram muito cedo, mas ensinaram muito como o respeito e educação que os mais antigos tanto primavam.

Aos meus cunhados (a), **Aurélio e Marcilene**, por completarem a vida de meus irmãos e fortalecerem nossa família. Somos mais felizes com vocês por perto.

Aos meus queridos sogros, **Aldir e Ângela**, por apoiarem, respeitando sempre nossas decisões nos incentivando a buscar nossos caminhos, mesmo que, na maioria das vezes esses caminhos sejam distantes. Entendo, como Pai, como deve ser difícil ficar longe da filha. Mas, tenham certeza que acordo todos os dias com uma monumental vontade de ver a Janaina realizada e feliz.

A minha cunhada **Sabrina**, sua filha **Maria Catarina** e seu marido **André** por me acolherem, maternalmente nos braços da família Moreira. A alegria e espontaneidade de vocês me completa. Obrigado pelo carinho sempre.

Aos meus **tios, primos e primas**, da família Costa pelos momentos em família sempre com muita alegria.

Aos meus **amigos** que mesmo distantes estiveram sempre presentes em minha vida.

À minha tia **Etel**, seu filho **Tiago** e seu marido **Toninho** por serem apoiadores a qualquer tempo e circunstâncias. Muito obrigado pelo carinho que sempre recebi de vocês.

À **Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”**, na pessoa de seu Magnífico Reitor Prof. Dr. Julio Cezar Durigan e vice-reitora Prof. Dra. Marilza Vieira Cunha Rudge.

À **Faculdade de Odontologia de Araraquara – UNESP**, na pessoa de sua Diretora Profa. Dra. Elaine M. Sgavioli Massucato e vice-diretor Prof. Dr. Edson Alves de Campos.

Ao **Departamento de Odontologia Restauradora da Faculdade de Odontologia de Araraquara – UNESP**, representado pela Chefe de Departamento Prof.(a) Alessandra Nara de Souza Rastelli e vice-chefe Prof.(a) Dr.(a) Juliane Maria Guerreiro Tanomaru.

Ao **Programa de Pós-Graduação em Odontologia – Área de Endodontia**, representado pelo Prof. Dr. Carlos Rossa Junior.

Aos colegas da Pós-Graduação, **Alejandro, Ariel, Ariele, Camila Nascimento, Camila Espir, Carol Venção, Tiago, Paula, Guilherme X, Fernando, Kátia, Miriam, Keli, Juliana, Natália, Eric Hernán, Fernanda, Gabriela, Giovanna, Jader, Juliana, Keli, Kennia, Lauriê, Lucas, Luciana, Marcela, Mariana, Matheus, Patrícia, Rafaela, Roberto, Victor, Raqueli.**

Às amigas e parceiras de pós-graduação **Elisandra, Roberta, Gisselle e Ana Livia**. Sem vocês esse trabalho não seria possível. Sou muitíssimo grato pela ajuda que recebi. Muito obrigado.

Aos meus grandes amigos **Lelis e Guilherme Oliveira**, obrigado pela amizade sincera, pelas conversas e pelo convívio. Certamente, vocês fizeram minha passagem por Araraquara ser muito mais agradável.

Um agradecimento especial para **Alessandra e Adinael** (in memoriam). Que estejam em um lugar especial e que Deus dê muita força àqueles familiares que ficaram. Saudades!

À **Profa. Dra. Juliane Maria Guerreiro Tanomaru**, pela amizade e co-orientação em meu trabalho você foi fundamental para a realização deste projeto.

À **Profa. Dra. Gisele Faria**, pelos momentos de boa conversa e imensa ajuda no exame de qualificação. Suas considerações sempre claras e inteligentes foram fundamentais. Obrigado.

Ao docente **Prof. Dr. Fábio Luiz Camargo Vilella Berbert**, quando iniciei minha caminhada na endodontia, na especialização em Bauru, conheci um

professor apaixonado pela profissão. Naquela época, em 2004, o Prof. Alceu plantou uma sementinha da endodontia em mim. Hoje, depois de 12 anos vejo que, na verdade ele plantou uma floresta inteira e você, certamente, é a árvore mais frondosa e querida que ele deixou aqui para nós. Obrigado por dividir todo esse legado e amizade comigo.

Ao **Prof. Dr. Idomeo Bonetti Filho** pelo exemplo de organização, entusiasmo e conhecimento. Conviver com você durante esses anos foi uma oportunidade impar de aprendizado clínico e de vida. Tenha certeza que você é um grande exemplo para mim.

Ao **Prof. Dr. Renato de Toledo Leonardo**, pela amizade. Sua experiência de vida é espetacular. Você sabe perfeitamente entender o grito de liberdade e a força da vida em movimento. Essas qualidades cativam as pessoas que estão próximas de você. Você sabe, como ninguém, administrar as distâncias físicas e humanas. Seu carinho comigo e com minha família ai em Araraquara tornou nossa passagem por ai leve, agradável e cheia de momentos prazerosos.

À **Prof.(a) Dr(a) Anamaria Pessoa Pereira Leite** pelo apoio oferecido durante meus primeiros passos como professor substituto. Você acreditou que eu poderia ir além e me deu forças para buscar maiores conquistas. Obrigado pela confiança em mim depositada.

Ao **Prof. Dr. Ivaldo Gomes de Moraes** pela amizade e afinidade. “A afinidade não é o mais brilhante, mas, é o mais sutil, delicado e penetrante dos sentimentos. Ter afinidade é muito raro. Mas, quando existe, não precisa de códigos verbais para se manifestar. Existe antes do conhecimento, irradia durante e permanece depois que as pessoas deixaram de estar juntas.” Estas palavras de Artur da Távola traduzem de forma brilhante meu sentimento por você meu amigo. Você ocupa um lugar muito, muito especial em minha vida. Obrigado sempre e por tudo Ivaldo.

Ao **Prof. Dr. Milton Carlos Kuga**, por compartilhar seu conhecimento, demonstrado sempre de maneira reflexiva e racional sua forma de compreender a endodontia e a vida.

Aos funcionários do Departamento de Odontologia Restauradora, **Creusa, Bel, Cida, Marlene, Neuza, Marinho, Vanderlei, Priscila e Lucinha**. Obrigado pela ajuda, convivência e boa vontade em ajudar sempre.

Aos funcionários da Seção de Pós-Graduação, **José Alexandre e Cristiano** pela paciência e orientação em inúmeros momentos.

Aos funcionários da Biblioteca, **Inês, Silvia, Eliane, Ceres, Marley e Adriano** pelo carinho e orientação..

Ao **CNPQ**, pela concessão da bolsa de estudos em nível Doutorado.

Agradeço também a todas as pessoas que de alguma forma ajudaram nesse trabalho.

Costa BC. Análise de cimentos à base de silicato de cálcio associado a diferentes radiopacificadores [Tese de Doutorado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia de Araraquara, UNESP; 2016.

Resumo

O MTA e cimento Portland (PC) são cimentos de silicato de cálcio. O óxido de bismuto presente na MTA pode afetar as propriedades físico-químicas e biológicas do material. Novos radiopacificadores como óxido de itérbio (Yb_2O_3) e o tungstato de cálcio (CaWO_4) podem melhorar propriedades do material. No capítulo 1, foram realizadas avaliações de propriedades físico-químicas, citotoxicidade e potencial bioativo do MTA Angelus (MTA), cimento de silicato de cálcio (CSC) e CSC com 30% de óxido de Itérbio ($\text{CSC}/\text{Yb}_2\text{O}_3$). O tempo de presa inicial e final foi avaliado com agulhas Gilmore. A resistência à compressão foi analisada em máquina de ensaios mecânicos. A radiopacidade foi verificada com radiografias dos materiais e escala de alumínio. O teste de solubilidade e escoamento foram realizados de acordo com ISO 6876/2002. Os dados foram submetidos ao teste ANOVA e Tukey (5% de significância). A viabilidade celular foi avaliada por meio do ensaio MTT e corante Vermelho Neutro, enquanto o potencial de mineralização por meio da atividade de fosfatase alcalina e vermelho de Alizarina. Os dados foram submetidos aos testes Anova e Tukey e Bonferroni (5% de significância). O potencial bioativo foi avaliado em microscopia eletrônica de varredura.

No capítulo 2, materiais à base de silicato tricálcico (TSC) associado ao tungstato de cálcio (CaWO_4) e Yb_2O_3 foram avaliados em comparação ao MTA (Angelus, Londrina, Brasil) e ao TSC. O tempo de presa inicial e final foi avaliado com agulhas Gilmore. A solubilidade foi analisada após imersão em água destilada. A radiopacidade foi avaliada por meio de radiografias dos materiais com escala de alumínio. O tempo de presa foi mensurado por agulhas de Gilmore. O pH foi avaliado por peagâmetro digital. A bioatividade foi avaliada por Microscopia Eletrônica de Varredura após imersão em

PBS. A alteração volumétrica (em mm^3) foi avaliada em cavidades preenchidas com os materiais experimentais e escaneadas em Micro-CT (SkyScan 1176, Bruker, Kontich, Bélgica) após 7 e 30 dias de imersão em água destilada. Os dados foram submetidos à análise de variância e teste de Tukey, com 5% de significância. Conclui-se que o Yb_2O_3 associado ao cimento de silicato de cálcio promove radiopacidade adequada é citocompatível e apresenta potencial bioativo. Além disso, a associação do cimento de silicato tricálcico ao CaWO_4 e ao Yb_2O_3 promove radiopacidade, solubilidade, capacidade de alcalinização e baixa alteração dimensional, sugerindo seu uso como radiopacificador de materiais à base de silicato de cálcio.

Palavras-chave: Materiais dentários. Propriedades físicas e químicas. Cimento de silicato.

Costa BC. Analysis of calcium silicate cement based associated with different radiopacifiers [Tese de Doutorado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia de Araraquara, UNESP; 2016.

Abstract

The MTA and Portland cement (PC) are calcium silicate cements. Bismuth oxide in the MTA composition may affect physicochemical and biological properties. The ytterbium oxide (Yb_2O_3) and calcium tungstate CaWO_4 may improve the performance of the material. In Chapter 1, it was evaluated some physicochemical properties, bioactive potential and cytotoxicity of MTA Angelus (MTA), calcium silicate cement (CSC) CSC and 30% ytterbium oxide (CSC / Yb_2O_3). The setting time initial and final was evaluated with Gilmore needles. Compressive strength was analyzed on a mechanical testing machine. The radiopacity was observed with X-rays of the materials and aluminum scale. Solubility and flow tests were conducted based on ISO 6876/2002. The data were submitted to ANOVA and Tukey test (5% significance). Cell viability was assessed by MTT assay and Neutral Red dye, while the mineralization potential were evaluated by alkaline phosphatase activity and alizarin red. The data were submitted to tests One and Two Way ANOVA and Tukey and Bonferroni (5% significance). The bioactive potential was evaluated in scanning electron microscopy. In chapter 2, tricalcium silicate based (TSC) associated with calcium tungstate (CaWO_4) and Yb_2O_3 were evaluated in comparison to the MTA (Angelus, Londrina, Brazil) and pure TSC. The setting time initial and final was evaluated with Gilmore needles. Solubility was assessed after immersion in distilled water. The radiopacity was assessed by radiographs of materials with aluminum scale. The pH was measured by digital pH meter. The bioactivity was assessed by scanning electron microscopy after immersion in PBS. The volumetric change (in mm^3) was evaluated in cavities filled with experimental materials and scanned in Micro-CT (SkyScan 1176, Bruker, Kontich, Belgium) after 7 and 30 days of immersion in distilled water. The data were submitted to ANOVA and Tukey's test at 5% significance. We concluded that Yb_2O_3

combined with calcium silicate cement provides adequate radiopacity is citocompatível and presents bioactive potential. Furthermore, the combination of tricalcium silicate cement to CaWO_4 and Yb_2O_3 promotes radiopacity, solubility, alkalinizing ability and low dimensional change suggesting its use as radiopacifier calcium silicate based materials.

Keywords: Dental materials. Physical and chemical properties. Silicate cement.

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	15
2 PROPOSIÇÃO	19
3 PUBLICAÇÃO 1	20
4 PUBLICAÇÃO 2	39
5 DISCUSSÃO	59
6 CONCLUSÃO	61
REFERÊNCIAS.....	62

1 INTRODUÇÃO

O Mineral Trióxido Agregado (MTA) é um cimento de silicato de cálcio indicado para tratamento de perfurações (Juarez Broon et al.²⁹, 2006), pulpotomia (Bortoluzzi et al.³, 2009), capeamento pulpar direto (Nair et al.³⁴, 2009), rizogênese incompleta (de Lima et al.¹⁴, 2007; Orosco et al.³⁵, 2010) e apicificações (Floratos et al.¹⁵, 2013), sendo composto por cimento Portland (CP) associado ao radiopacificador óxido de bismuto (Hwang et al.²⁷, 2009).

Considerando-se que o principal componente do MTA é o CP, vários estudos têm demonstrado que as propriedades físico-químicas, mecânicas e biológicas destes materiais são semelhantes. Assim, MTA e CP são cimentos de silicato de cálcio (CSC) com propriedades semelhantes (Holland et al.²⁴, 2001; Islam et al.²⁸, 2006; Saidon et al.³⁸, 2003).

O silicato tricálcico (53,1%), silicato dicálcico (22,5%), óxido de bismuto Bi_2O_3 (21,6%) e traços de sulfato de cálcio são os principais componentes do MTA (Gandolfi et al.¹⁷, 2010; Saidon et al.³⁸, 2003). Desta forma, cimentos à base de silicato tricálcico são propostos como materiais alternativos ao MTA (Camilleri et al.⁸, 2013; Grech et al.²¹, 2013) uma vez que o silicato tricálcico é responsável pela bioatividade do material (Camilleri et al.⁸, 2013). Após a reação com água, ocorre a hidratação do silicato tricálcico e, conseqüentemente a formação do silicato de cálcio hidratado e do hidróxido de cálcio (Camilleri et al.⁷, 2011).

O mecanismo de ação biológica para o MTA, CP e hidróxido de cálcio foi semelhante em tecido subcutâneo de ratos (Holland et al.²⁴, 2001). A citotoxicidade in vitro e biocompatibilidade in vivo também são semelhante para MTA e CP (Saidon et al.³⁸, 2003). Propriedades físicas e mecânicas do MTA e CP apresentam semelhança, exceto para a radiopacidade, onde o CP apresenta resultados inferiores (Islam et al.²⁸, 2006)

A radiopacidade é uma propriedade essencial de um material retrobturador. A radiopacidade do MTA corresponde a 7,17 mm de alumínio (Torabinejad et al.⁴², 1995). O CP contendo 20% de Bi_2O_3 apresenta radiopacidade aceitável (Kim et al.³⁰, 2008). Porém a presença de Bi_2O_3 no MTA reduz a liberação de hidróxido de cálcio, aumenta a solubilidade e causa deterioração na estabilidade dimensional do material (Cutajar et al.¹², 2011).

Além disso, menor viabilidade celular foi demonstrada para a associação do CSC ao Bi_2O_3 em relação ao óxido de zircônio e tungstato de cálcio (Gomes Cornelio et al.¹⁹, 2011). Desta forma, novos radiopacificadores têm sido propostos como alternativa ao Bi_2O_3 .

O Bi_2O_3 presente no MTA, pode ser substituído por várias concentrações de óxido de zircônio (ZrO_2) no CP (Camilleri et al.⁷, 2011). Essa combinação na proporção de 30% deste radiopacificador demonstra radiopacidade, resistência à compressão, tempo de presa, absorção de água e solubilidade similar ao ProRoot MTA (Cutajar et al.¹², 2011). A associação CP + 30 % de Bi_2O_3 e o MTA branco apresentaram radiopacidade (5,88 e 5,72 mm de Al, respectivamente), seguido por CP + óxido de zircônio ZrO_2 (3,87 mm de Al) e CP + iodofórmio (3,50 mm de Al) (Bortoluzzi et al.³, 2009).

O Itérbio (Yb) é um elemento macio, maleável e bastante dúctil que exibe um brilho prateado e reage lentamente com a água. O Yb nanoparticulado em solução de NaYbF_4 , usado como contraste em tomografias computadorizadas, demonstrando baixa citotoxicidade, além de ser, facilmente, excretado sem remanescentes detectáveis nos corpos de animais (Xing et al.⁴⁴, 2012).

O trifluoreto de itérbio (YbF_3) foi incorporado ao cimento ionômero de vidro (CIV) e demonstrou um aumento de 1% para 2% na dureza superficial do material, além da redução do tempo de presa e do tempo de trabalho (Prentice et al.³⁶, 2006). Em outro estudo a radiopacidade do YbF_3 foi comparada ao dióxido de titânio, quartzo, zircônia, Bi_2O_3 , sulfato de bário, demonstrando que pelo menos 30% de YbF_3 foram suficientes para se conseguir uma radiopacidade satisfatória, sem alterar as propriedades do cimento experimental (Collares et al.¹⁰, 2010).

Tungstato de cálcio (CaWO_4) têm sido empregado como radiopacificador em cimentos para uso na Endodontia. Recentemente, esse composto foi incorporado ao cimento MTA HP (Angelus, Londrina, Brasil). O MTA HP, em lançamento pela Angelus (Brasil). O material apresenta as mesmas indicações que o cimento MTA. (Silva et al.⁴⁰, 2016; Camilleri et al.⁸, 2013)

Em recente estudo, foi demonstrado que um cimento à base de silicato de cálcio o associado ao radiopacificador CaWO_4 apresenta propriedades físico-químicos semelhantes ao MTA Angelus, como tempo de presa, baixa solubilidade, pH alcalino e ainda libera íons cálcio (Bosso-Martelo et al.⁴, 2016).

Além disso, essa associação apresenta potencial bioativo e composição semelhante ao MTA Angelus (Collares et al.¹⁰, 2010).

O potencial bioativo dos CSC tem sido demonstrado. Após imersão de dois cimentos à base de silicato de cálcio e o ProRoot MTA branco em PBS, precipitados de cristais de apatita na interface material-dentina foram observados aumentando de acordo com o tempo de imersão. (Shokouhinejad et al.³⁹, 2012).

A estrutura e composição química do precipitado formado após a imersão do ProRoot MTA branco é formada de carbonato de cálcio e hidróxido de cálcio quando imerso em água destilada e de fosfato de cálcio quando imerso em PBS (Han et al.²³, 2010). Alguns autores observaram que o MTA em contato com soluções de fosfato, resultava na formação de cristais de apatita (Martin et al.³², 2007; Reyes-Carmona et al.³⁷, 2009). Os íons de cálcio liberado pelo MTA reagem com o fosfato do PBS, resultando na formação de hidroxiapatita ou apatita carbonada (Bozeman et al.⁵, 2006; Gandolfiet al.¹⁷, 2010). Os cimentos à base de silicato de calcio são descritos como materiais bioativos, estáveis e capazes de promover formação de cristais de hidróxiapatita (Han et al.²³, 2010)

A microtomografia computadorizada (micro CT) representa um importante meio de para avaliação de propriedades de materiais, apresentando características não destrutiva e tridimensional. Este método tem sido usado para análise de diversas propriedades, como alterações volumétricas de materias, presença de falhas em obturações, forma e limpeza do canal radicular, entre outras (Hammad et al.²², 2009; Metzger et al.³³, 2010; Somma et al.⁴¹, 2011). A alta resolução proporcionada pela microtomografia pode ser usada para análise de materiais e técnicas em endodôntia, aperfeiçoando a avaliação de materiais (De-Deus¹³, 2012).

Dentre algumas propriedades, a solubilidade apresentada pelo material retrobturador deve seguir normas da American National Standar Institut / American Dental Association,/ American Dental Association (ANSI/ADA) sendo inferior a 3% (ANSI/ADA Specification no. 57¹, 2000; Hungaro Duarte et al.²⁶, 2012).

A microtomografia computadorizada tem sido proposta para análise da solubilidade de forma alternativa, o uso da por meio da quantificação da alteração volumétrica (Cavenago et al.⁹, 2014).

Novos radiopacificadores como óxido de itérbio (Yb_2O_3) e tungstato de cálcio (CaWO_4) podem ser associados aos cimentos de silicato de cálcio e ao silicato de tricálcico. Propriedades físico-químicas e biológicas destas novas associações devem ser avaliadas visando o desenvolvimento de uma novas propostas de biomateriais.

6 CONCLUSÃO

O Yb_2O_3 associado ao cimento de silicato de cálcio apresenta propriedades físico-químicas adequadas, é citocompatível e demonstra potencial bioativo, sugerindo seu uso como radiopacificador de materiais à base de silicato de cálcio.

Os TSC associados aos radiopacificadores tungstato de cálcio e óxido de itérbio apresentam radiopacidade, solubilidade e escoamento adequados, capacidade de alcalinização e estabilidade volumétrica.

REFERÊNCIAS*

1. ANSI/ADA Specification no. 57: endodontic sealing materials. Chicago, IL: ANSI/ADA; 2000.
2. Antonijevic D, Medigovic I, Zrilic M, Jokic B, Vukovic Z, Todorovic L. The influence of different radiopacifying agents on the radiopacity, compressive strength, setting time, and porosity of Portland cement. *Clin Oral Investig*. 2014; 18(6): 1597-604.
3. Bortoluzzi EA, Guerreiro-Tanomaru JM, Tanomaru-Filho M, Duarte MA. Radiographic effect of different radiopacifiers on a potential retrograde filling material. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod*. 2009; 108(4): 628-32.
4. Bosso-Martelo R, Guerreiro-Tanomaru JM, Viapiana R, Berbert FL, Duarte MA, Tanomaru-Filho M. Physicochemical properties of calcium silicate cements associated with microparticulate and nanoparticulate radiopacifiers. *Clin Oral Investig*. 2016; 20(1): 83-90.
5. Bozeman TB, Lemon RR, Eleazer PD. Elemental analysis of crystal precipitate from gray and white MTA. *J Endod*. 2006; 32(5): 425-8.
6. Camilleri J. Evaluation of the effect of intrinsic material properties and ambient conditions on the dimensional stability of white mineral trioxide aggregate and Portland cement. *J Endod*. 2011; 37(2): 239-45.
7. Camilleri J, Cutajar A, Mallia B. Hydration characteristics of zirconium oxide replaced Portland cement for use as a root-end filling material. *Dent Mater*. 2011; 27(8): 845-54.

* De acordo com o Guia de Trabalhos Acadêmicos da FOAr, adaptado das Normas Vancouver. Disponível no site da Biblioteca: <http://www.foar.unesp.br/#biblioteca/manual>.

8. Camilleri J, Sorrentino F, Damidot D. Investigation of the hydration and bioactivity of radiopacified tricalcium silicate cement, Biodentine and MTA Angelus. *Dent Mater.* 2013; 29(5): 580-93.
9. Cavenago BC, Pereira TC, Duarte MA, Ordinola-Zapata R, Marciano MA, Bramante CM et al. Influence of powder-to-water ratio on radiopacity, setting time, pH, calcium ion release and a micro-CT volumetric solubility of white mineral trioxide aggregate. *Int Endod J.* 2014; 47(2): 120-6.
10. Collares FM, Ogliari FA, Lima GS, Fontanella VR, Piva E, Samuel SM. Ytterbium trifluoride as a radiopaque agent for dental cements. *Int Endod J.* 2010; 43(9): 792-7.
11. Coomaraswamy KS, Lumley PJ, Hofmann MP. Effect of bismuth oxide radiopacifier content on the material properties of an endodontic Portland cement-based (MTA-like) system. *J Endod.* 2007; 33(3): 295-8.
12. Cutajar A, Mallia B, Abela S, Camilleri J. Replacement of radiopacifier in mineral trioxide aggregate; characterization and determination of physical properties. *Dent Mater.* 2011; 27(9): 879-91.
13. De-Deus G. Research that matters - root canal filling and leakage studies. *Int Endod J.* 2012; 45(12): 1063-4.
14. de Lima MV, Bramante CM, Garcia RB, Moraes IG, Bernardineli N. Endodontic treatment of dens in dente associated with a chronic periapical lesion using an apical plug of mineral trioxide aggregate. *Quintessence Int.* 2007; 38(2): e124-8.
15. Floratos SG, Tsatsoulis IN, Kontakiotis EG. Apical barrier formation after incomplete orthograde MTA apical plug placement in teeth with open apex--report of two cases. *Braz Dent J.* 2013; 24(2): 163-6.

16. Formosa LM, Mallia B, Bull T, Camilleri J. The microstructure and surface morphology of radiopaque tricalcium silicate cement exposed to different curing conditions. *Dent Mater.* 2012; 28(5): 584-95.
17. Gandolfi MG, Siboni F, Primus CM, Prati C. Ion release, porosity, solubility, and bioactivity of MTA Plus tricalcium silicate. *J Endod.* 2014; 40(10): 1632-7.
18. Gandolfi MG, Taddei P, Tinti A, De Stefano Dorigo E, Rossi PL, Prati C. Kinetics of apatite formation on a calcium-silicate cement for root-end filling during ageing in physiological-like phosphate solutions. *Clin Oral Investig.* 2010; 14(6): 659-68.
19. Gomes Cornelio AL, Salles LP, Campos da Paz M, Cirelli JA, Guerreiro-Tanomaru JM, Tanomaru Filho M. Cytotoxicity of Portland cement with different radiopacifying agents: a cell death study. *J Endod.* 2011; 37(2): 203-10.
20. Grech L, Mallia B, Camilleri J. Characterization of set Intermediate Restorative Material, Biodentine, Bioaggregate and a prototype calcium silicate cement for use as root-end filling materials. *Int Endod J.* 2013; 46(7): 632-41.
21. Grech L, Mallia B, Camilleri J. Investigation of the physical properties of tricalcium silicate cement-based root-end filling materials. *Dent Mater.* 2013; 29(2): e20-8.
22. Hammad M, Qualtrough A, Silikas N. Evaluation of root canal obturation: a three-dimensional in vitro study. *J Endod.* 2009; 35(4): 541-4.
23. Han L, Okiji T, Okawa S. Morphological and chemical analysis of different precipitates on mineral trioxide aggregate immersed in different fluids. *Dent Mater J.* 2010; 29(5): 512-7.
24. Holland R, de Souza V, Murata SS, Nery MJ, Bernabe PF, Otoboni Filho JA et al. Healing process of dog dental pulp after pulpotomy and pulp covering with mineral trioxide aggregate or Portland cement. *Braz Dent J.* 2001; 12(2): 109-13.

25. Hungaro Duarte MA, de Oliveira El Kadre GD, Vivan RR, Guerreiro Tanomaru JM, Tanomaru Filho M, de Moraes IG. Radiopacity of portland cement associated with different radiopacifying agents. *J Endod.* 2009; 35(5): 737-40.
26. Hungaro Duarte MA, Minotti PG, Rodrigues CT, Zapata RO, Bramante CM, Tanomaru Filho M et al. Effect of different radiopacifying agents on the physicochemical properties of white Portland cement and white mineral trioxide aggregate. *J Endod.* 2012; 38(3): 394-7.
27. Hwang YC, Lee SH, Hwang IN, Kang IC, Kim MS, Kim SH, et al. Chemical composition, radiopacity, and biocompatibility of Portland cement with bismuth oxide. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod.* 2009; 107(3): e96-102.
28. Islam I, Chng HK, Yap AU. Comparison of the physical and mechanical properties of MTA and portland cement. *J Endod.* 2006; 32(3): 193-7.
29. Juarez Broon N, Bramante CM, de Assis GF, Bortoluzzi EA, Bernardineli N, de Moraes IG et al. Healing of root perforations treated with Mineral Trioxide Aggregate (MTA) and Portland cement. *J Appl Oral Sci.* 2006; 14(5): 305-11.
30. Kim EC, Lee BC, Chang HS, Lee W, Hong CU, Min KS. Evaluation of the radiopacity and cytotoxicity of Portland cements containing bismuth oxide. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod.* 2008; 105(1): e54-7.
31. Liu Y, Ai K, Liu J, Yuan Q, He Y, Lu L. A high-performance ytterbium-based nanoparticulate contrast agent for in vivo X-ray computed tomography imaging. *Angew Chem Int Ed Engl.* 2012; 51(6): 1437-42.
32. Martin RL, Monticelli F, Brackett WW, Loushine RJ, Rockman RA, Ferrari M et al. Sealing properties of mineral trioxide aggregate orthograde apical plugs and root fillings in an in vitro apexification model. *J Endod.* 2007; 33(3): 272-5.

33. Metzger Z, Zary R, Cohen R, Teperovich E, Paque F. The quality of root canal preparation and root canal obturation in canals treated with rotary versus self-adjusting files: a three-dimensional micro-computed tomographic study. *J Endod.* 2010; 36(9): 1569-73.
34. Nair PN, Duncan HF, Pitt Ford TR, Luder HU. Histological, ultrastructural and quantitative investigations on the response of healthy human pulps to experimental capping with Mineral Trioxide Aggregate: a randomized controlled trial. 2008. *Int Endod J.* 2009; 42(5): 422-44.
35. Orosco FA, Bramante CM, Garcia RB, Bernardineli N, de Moraes IG. Sealing ability, marginal adaptation and their correlation using three root-end filling materials as apical plugs. *J Appl Oral Sci.* 2010; 18(2): 127-34.
36. Prentice LH, Tyas MJ, Burrow MF. The effect of ytterbium fluoride and barium sulphate nanoparticles on the reactivity and strength of a glass-ionomer cement. *Dent Mater.* 2006; 22(8): 746-51.
37. Reyes-Carmona JF, Felipe MS, Felipe WT. Biomineralization ability and interaction of mineral trioxide aggregate and white portland cement with dentin in a phosphate-containing fluid. *J Endod.* 2009; 35(5): 731-6.
38. Saidon J, He J, Zhu Q, Safavi K, Spangberg LS. Cell and tissue reactions to mineral trioxide aggregate and Portland cement. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod.* 2003; 95(4): 483-9.
39. Shokouhinejad N, Nekoofar MH, Razmi H, Sajadi S, Davies TE, Saghiri MA et al. Bioactivity of EndoSequence root repair material and bioaggregate. *Int Endod J.* 2012; 45(12): 1127-34.

40. Silva EJ, Carvalho NK, Zanon M, Senna PM, G DE-D, Zuolo ML, et al. Push-out bond strength of MTA HP, a new high-plasticity calcium silicate-based cement. *Braz Oral Res.* 2016; 30(1):
41. Somma F, Cretella G, Carotenuto M, Pecci R, Bedini R, De Biasi M, et al. Quality of thermoplasticized and single point root fillings assessed by micro-computed tomography. *Int Endod J.* 2011; 44(4): 362-9.
42. Torabinejad M, Hong CU, Lee SJ, Monsef M, Pitt Ford TR. Investigation of mineral trioxide aggregate for root-end filling in dogs. *J Endod.* 1995; 21(12): 603-8.
43. Vivan RR, Zapata RO, Zeferino MA, Bramante CM, Bernardineli N, Garcia RB, et al. Evaluation of the physical and chemical properties of two commercial and three experimental root-end filling materials. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod.* 2010; 110(2): 250-6.
44. Xing H, Bu W, Ren Q, Zheng X, Li M, Zhang S, et al. A NaYbF₄: Tm³⁺ nanoprobe for CT and NIR-to-NIR fluorescent bimodal imaging. *Biomaterials.* 2012; 33(21): 5384-93.

Não autorizo a reprodução deste trabalho até 16/09/2018

(Direitos de publicação reservado ao autor)

Araraquara, 16 de setembro de 2016.

BERNARDO CESAR COSTA