



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



**Rafaela Nanami Handa Inada**

**Análise da alteração de cor promovida por materiais reparadores e cimentos  
endodônticos à base de silicato de cálcio com diferentes radiopacificadores**

**Araraquara**

**2018**



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



**Rafaela Nanami Handa Inada**

**Análise da alteração de cor promovida por materiais reparadores e cimentos  
endodônticos à base de silicato de cálcio com diferentes radiopacificadores**

Dissertação apresentada à Universidade Estadual Paulista (Unesp), Faculdade de Odontologia, Araraquara para obtenção do título de Mestre em nome do Programa de Odontologia, na Área de Endodontia.

**Orientador: Prof. Dr Mário Tanomaru Filho**

**Araraquara**

**2018**

**Rafaela Nanami Handa Inada**

**Análise da alteração de cor promovida por materiais reparadores e cimentos  
endodônticos à base de silicato de cálcio com diferentes radiopacificadores**

Dissertação para obtenção do grau de Mestre.

**Comissão julgadora**

**Presidente e orientador:** Prof. Dr. Mário Tanomaru Filho

**2º Examinador:** Prof. Dr. José Mauricio dos Santos Nunes Reis

**3º Examinador:** Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Marina Angélica Marciano da Silva

Araraquara, 15 de março de 2018.

Inada, Rafaela Nanami Handa

Análise da alteração de cor promovida por materiais reparadores e cimentos endodônticos à base de silicato de cálcio com diferentes radiopacificadores / Rafaela Nanami Handa Inada. – Araraquara: [s.n.], 2018

81 f.; 30 cm

Dissertação (Mestrado em Endodontia) – Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Odontologia

Orientador: Prof. Dr. Mário Tanomaru Filho

1. Espectrofotometria 2.Cimento de silicato 3.Cor I. Título

## **DADOS CURRICULARES**

### **Rafaela Nanami Handa Inada**

- Nascimento:** 20 de novembro de 1991 - Araraquara – SP
- Filiação:** Renato Hideo Inada  
Tereza keiko Handa Inada
- 2011-2016** Graduação em Odontologia pela Faculdade de Odontologia de Araraquara – UNESP
- 2014** Curso de Extensão “Estética do Sorriso” pela Associação Paulista de Cirurgiões Dentistas- regional de Araraquara- APCD  
Curso de Extensão em Cirurgia Oral Menor pela Associação Brasileira de Odontologia- regional de Araraquara- ABO
- 2015**
- 2016-2018** Especialização em Endodontia pela Fundação Araraquarense de Ensino e Pesquisa em Odontologia – FAEPO
- 2016-2018** Mestrado em Odontologia, área de Endodontia, pela Faculdade de Odontologia de Araraquara – UNESP

Dedico à realização desse trabalho,

Aos meus pais, Renato e Tereza, sem eles ao meu lado nada seria possível, por todo amor e carinho que me proporcionaram, por todos os esforços que tiveram para dar a melhor educação a mim e meu irmão e por sempre me incentivar a buscar o meu melhor. Tudo que sou hoje, tudo que eu conquistei se deve aos meus amados pais. Não existem palavras ou gestos que demonstrem a minha gratidão, amor e admiração que tenho por vocês.

Ao meu irmão, Renato, que me incentivou a alcançar meus objetivos e superar dificuldade.

## AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a **Deus**, sem Ele nada disso seria possível. É Ele que me guia e me fortalece a cada dia para superar todos os obstáculos e dificuldades.

Aos meus pais, **Renato** e **Tereza**, sem o apoio de vocês nada disso seria possível. Agradeço eternamente todo amor, suporte, carinho que vocês me proporcionaram. Tenho muito orgulho de ser filha de vocês e sempre os amarei.

Ao meu irmão **Renato** que sempre esteve ao meu lado me apoiando em minhas decisões e me incentivando.

Ao meu orientador, **Prof. Dr. Mário Tanomaru Filho**, que me deu um voto de confiança e me acolheu como orientanda. Obrigada pela compreensão e paciência durante esses anos de mestrado, pelos conhecimentos que adquiri com essa experiência, por participar no meu processo de formação acadêmica e me proporcionar oportunidades que contribuíram e contribuirão para minha formação acadêmica e profissional. Sei que ainda são necessários alguns aprendizados e estou sempre disposta a aprender. Obrigada por me ajudar a seguir o caminho certo e acreditar no meu potencial. É uma grande honra fazer parte dessa equipe e poder aprender cada dia mais.

À minha amiga, **Raquel Viapiana**, que me ajudou imensamente para realização desse trabalho, sempre esteve à disposição para qualquer dúvida ou problema que eu tinha. Sua ajuda foi primordial para o meu aprendizado tanto acadêmico quanto profissional. Obrigada por toda a ajuda, paciência e conhecimento que você me proporcionou.

Aos professores **José Mauricio Santos Nunes Reis**, **Gisele Faria**, **Marina Angélica Marciano da Silva** pela contribuição neste trabalho como banca de qualificação e/ou defesa.

Aos professores **Fábio Berbert**, **Juliane Maria Guerreiro Tanomaru**, **Idomeo Bonetti Filho** e **Renato Leonardo** por todo o conhecimento compartilhado.

Ao meu amigo **Cristian**, obrigada pela parceria, pelos conselhos, conhecimentos e por ter tornado esses dois anos muito mais divertidos. Sentirei saudades.

A minha amiga **Patrícia**, que com seu jeito única de ser me proporcionaram momentos divertidíssimos ao seu lado.

Aos meus amigos do mestrado **Victor**, **Marcela**, **Ariel**, **Jáder**, **Cristiane**, **Hernán**, **Luciana**, **Giovana**, **Lucas** e **Matheus** que iniciaram esta jornada comigo e me ensinaram

muito o valor da amizade e companheirismo. Obrigada pessoal por todos os momentos que tivermos juntos.

As minhas amigas do doutorado **Lívia, Mariana, Camila, Fernanda, Laurie, Kênia, Gabriela e Giselle**, que sempre estiveram dispostas a ajudar e compartilhar seus conhecimentos.

À **Faculdade de Odontologia de Araraquara – UNESP** representada por sua diretora, **Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Elaine Maria Sgavioli Massucato** e vice-diretor **Prof. Dr. Edson Alves de Campos**.

Aos funcionários da faculdade por serem sempre tão prestativos, em especial ao **Marinho, Vanderlei, Isabel, Creuza, Alexandre, Cristiano e Renan**.

A todos os amigos de infância e familiares por fazerem parte da minha vida e dividirem comigo esta conquista.

Um agradecimento especial à **Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP)** protocolo #2016/05890-1 pelo suporte financeiro concedido.

Muito obrigada a todos!



“A mente que se abre a uma nova ideia jamais  
volta ao seu tamanho original.”

Albert Einstein

Inada RNH. Análise da alteração de cor promovida por cimentos endodônticos à base de silicato de cálcio com diferentes radiopacificadores [dissertação de mestrado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2018.

## RESUMO

Materiais reparadores e cimentos endodônticos não devem promover alteração da coloração dental. Este estudo foi dividido em 3 publicações. **Publicação 1** - avaliação da alteração cromática dentária promovida por cimentos de silicato tricálcico (TSC) associado com óxido de bismuto (TC-Bi), óxido de zircônio (TC-Zr), óxido de nióbio (TC-Nb) e Biodentine (BD). **Publicação 2** – comparação dos efeitos cromáticos induzidos por cimentos TSC-Bi e silicato tricálcio com tungstato de cálcio (TSC-TC), MTA Angelus (MTA) e MTA HP Repair (MTAHP). **Publicação 3** – avaliação das alterações cromáticas por cimentos endodônticos, AH Plus (AHP), MTA Fillapex (MTAF), Total Fill BC Sealer (TF) e NeoMTA Plus (NMTAP). Dentes bovinos (n=10) foram seccionados para obtenção de secções vestibulares e palatinos. Na face interna vestibular foram realizadas duas cavidades, uma na porção coronária e outra radicular, que foram preenchidas pelos materiais em estudo e com pasta triantibiótica como controle positivo (CP) e cavidades sem material como controle negativo (CN). A mensuração da alteração cromática ( $\Delta E$ ) e luminosidade ( $L^*$ ) foram realizadas com espectrofotômetro, antes da inserção dos materiais (T0), imediatamente após a inserção (T1) e após 7 (T7), 15 (T15), 30 (T30), 60 (T60), 120 (T120) e 180 (T180) dias. Os dados foram avaliados por meio de teste de Análise de Variância de medidas repetidas a dois critérios e Post Hoc teste LSD-Fisher, ambos com nível de significância de 5%. **Publicação 1** - na porção coronária TSC e CP apresentaram maior  $\Delta E$  em T180 comparado a T1 ( $p < 0,05$ ). Apenas TSC-Zr e TSC-Nb apresentaram valores médios de  $L^*$  (luminosidade) maiores que CN e CP menores valores ( $p < 0,05$ ). Na porção radicular CN e CP apresentaram maior  $\Delta E$  em T180 em comparação a T1. TSC-Nb apresentaram valores de  $L^*$  maiores que CN e CP valores menores ( $p < 0,05$ ). **Publicação 2** - TSC-Bi e TSC-TC não mostraram  $\Delta E$  diferentes nos períodos T1 e T180 ( $p \geq 0,05$ ), assim como os valores médios de  $L^*$  foram similares ao CN ( $p \geq 0,05$ ), na porção coronária. Na porção radicular além do TSC-Bi e TSC-TC, MTA não teve  $\Delta E$  diferente em T180 ( $p \geq 0,05$ ), porém foram observados valores médios de  $L^*$  menor que CN para MTA e CP. **Publicação 3** - apenas o NMTAP teve um  $\Delta E$  estatisticamente similar em T180 comparado a T1 em ambas as regiões ( $p \geq 0,05$ ). Na porção coronária somente CP e MTAF apresentaram valores de  $L^*$  menores que CN ( $p < 0,05$ ). Na porção radicular somente CP apresentou valores médios  $L^*$  menores. ( $p < 0,05$ ). Conclui-se que **Publicação 1** - ao final de 180 dias TSC, TSC-Bi, TSC-Zr, TSC-NB e BD não mostraram alterações cromáticas escuras; **Publicação 2** – MTAHP, TSC-Bi e TSC-TC não promoveram o escurecimento dental após 180 dias, o que ocorre com MTA. **Publicação 3** - AHP, TF e NMTAP não promoveram escurecimento dental. MTAF promoveu escurecimento na porção coronária.

**Palavras-chaves:** Espectrofotometria. Cimento de silicato. Cor.

Inada RNH. Analysis of the color change promoted by calcium silicate-based endodontic cements with different radiopacifiers [dissertação de mestrado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2018.

## **ABSTRACT**

Repair materials and endodontic sealers should not promote tooth staining. This study was divided into 3 publications. Publication 1 - evaluation of dental discoloration of tricalcium silicate (TSC) cements associated with bismuth oxide (TC-Bi), zirconium oxide (TC-Zr), niobium oxide (TC-Nb) and Biodentine (BD). Publication 2 - comparison of the color effects induced by TSC-Bi cements and tricalcium silicate with calcium tungstate (TSC-TC), MTA Angelus (MTA) and MTA HP Repair (MTAHP). Publication 3 - evaluation of color changes by endodontic cements, AH Plus (AHP), MTA Fillapex (MTAF), Total Fill BC Sealer (TF) and NeoMTA Plus (NMTAP). Bovine teeth were sectioned to obtain vestibular and palatine sections. In the internal vestibular face, two cavities were performed, one in the coronary portion and the other one in the root, which were filled with the materials, and triantibiotic paste as the positive control (CP) and cavities with no filling as the negative control (CN). The measurement of the color change ( $\Delta E$ ) was performed with a spectrophotometer, before insertion of the materials (T0), immediately after insertion (T1) and after 7 (T7), 15 (T15), 30 (T30), 60 (T60), 120 (T120) and 180 (T180) days. The data were evaluated by Variance Analysis of repeated measurements at two criteria and Post Hoc LSD-Fisher test, both with a significance level of 5%. Publication 1 - in the coronary portion TSC and CP presented higher  $\Delta E$  in T180 compared to T1 ( $p < 0,05$ ). Only TSC-Zr and TSC-Nb presented mean values of L \* (luminosity) higher than CN and CP lower values ( $p < 0,05$ ). In the root portion, CN and CP presented higher  $\Delta E$  in T180 compared to T1. TSC-Nb presented values of L \* higher than CN and CP lower values ( $p < 0,05$ ). Publication 2 - TSC-Bi and TSC-TC did not show different  $\Delta E$  in the periods T1 and T180 ( $p \geq 0,05$ ), as the average values of L \* were similar to the CN ( $p \geq 0,05$ ), in the portion coronary artery. In the root portion besides TSC-Bi and TSC-TC, MTA had no different  $\Delta E$  in T180 ( $p \geq 0,05$ ), but mean values of L \* less than CN was observed for MTA and CP. Publication 3 - just NMTAP had a  $\Delta E$  statistically similar in T180 compared to T1 in both regions ( $p \geq 0,05$ ). In the coronary portion just, CP and MTAF presented lower values of L \* than CN ( $p < 0,05$ ). In the root portion only, CP presented lower mean L \* values. ( $p < 0,05$ ). We conclude that Publication 1 - at the end of 180 days TSC, TSC-Bi, TSC-Zr, TSC-NB, and BD did not show dark color change. Publication 2 - MTAHP TSC-Bi and TSC-TC did not promote dental discoloration after 180 days, which occurs with MTA. Publication 3 - AHP, TF, and NMTAP did not promote dental discoloration. MTAF promoted dark discoloration in the coronary portion.

**Keywords:** Spectrophotometry. Silicate cement. Color.

## SUMÁRIO

<b>1 INTRODUÇÃO.....</b>	<b>12</b>
<b>2 PROPOSIÇÃO.....</b>	<b>18</b>
<b>3. PUBLICAÇÕES.....</b>	<b>19</b>
<b>3.1 Publicação 1.....</b>	<b>19</b>
<b>3.2 Publicação 2.....</b>	<b>34</b>
<b>3.3 Publicação 3.....</b>	<b>50</b>
<b>4 DISCUSSÃO.....</b>	<b>65</b>
<b>5 CONCLUSÕES.....</b>	<b>69</b>
<b>REFERÊNCIAS.....</b>	<b>70</b>
<b>APÊNDICE A – METODOLOGIA EXPANDIDA.....</b>	<b>77</b>
<b>ANEXO A - CEUA.....</b>	<b>81</b>

## 1 INTRODUÇÃO

O tratamento endodôntico tem como objetivo principal o restabelecimento da função e da estética dental. A ocorrência de descoloração dentária pode causar um significativo impacto na qualidade de vida<sup>31</sup>. Esta alteração de cor pode ocorrer em função dos materiais utilizados<sup>13,26</sup>.

O Mineral Trióxido Agregado (MTA) é um cimento de silicato de cálcio, composto por Cimento de Portland e óxido bismuto, desenvolvido pela Universidade de Loma Linda, Califórnia, EUA<sup>84</sup>. O MTA apresenta capacidade seladora, biocompatibilidade e bioatividade<sup>61,70,71,74,84</sup>, com ampla indicação na terapia endodôntica, incluindo capeamento pulpar, pulpotomia, selamento de perfuração radicular, apicificação e obturação retrógrada<sup>80</sup>. Entretanto, o MTA apresenta algumas desvantagens, como dificuldade de manipulação e inserção<sup>71,83</sup>, elevado tempo de presa<sup>70,79</sup> e possibilidade de alteração de cor<sup>6,9,16,34,51,63</sup>.

Inicialmente o escurecimento dentário produzido pelo MTA foi relacionada à sua coloração cinza escuro, devido à presença de óxido de ferro em sua composição<sup>9,59,62</sup>. O MTA branco<sup>31</sup> contendo menores concentrações de óxido de ferro, magnésio e alumínio<sup>3</sup> foi desenvolvido visando diminuir esta possibilidade de alteração da coloração dentária. No entanto, a versão branca do cimento MTA também promove o escurecimento<sup>6,34</sup>.

O potencial de alteração cromática associado ao uso do MTA branco está relacionado com sua composição química, especialmente o agente radiopacificador. Componentes metálicos do MTA como óxido de bismuto ( $\text{Bi}_2\text{O}_3$ ), óxido de ferro ( $\text{FeO}$ ), óxido de alumínio ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) e óxido de magnésio ( $\text{MgO}$ ) podem estar relacionados com o escurecimento dentário<sup>71</sup>. Novos materiais compostos por silicatos de cálcio e diferentes aditivos e/ou agentes radiopacificadores, são propostos com o objetivo de evitar o escurecimento dental<sup>66</sup>.

Espectrofotometria é um dos métodos mais utilizados para mensuração da alteração de cor dental<sup>57,62,68</sup>. O método apresenta sensibilidade a pequenas alterações de cor e proporciona dados objetivos<sup>56</sup>. Os dados são avaliados por meio do sistema Commission Internationale de l'Éclairage (CIE), na qual os parâmetros de luminosidade ( $L^*$ ), coordenada cromática vermelho/verde ( $a^*$ ) e amarelo/azul ( $b^*$ ). O CIE  $L^* a^* b^*$  é um arranjo internacional utilizado para padronização de cor, reconhecido pela ISO<sup>47</sup>. Essa metodologia tem sido amplamente utilizada para avaliação numérica de cores e padrões constantes usados<sup>48,54,57</sup>.

O silicato tricálcico é o principal componente bioativo do MTA e é usado na composição de cimentos reparadores demonstrando bioatividade semelhante ao MTA<sup>23</sup>, além de propriedades físico-químicas adequadas<sup>45,89</sup>, menor tempo de presa, bioatividade e

biocompatibilidade<sup>94</sup>. Quando associado à diferentes tipos de radiopacificadores, como óxido de bismuto ( $\text{Bi}_2\text{O}_3$ ), óxido de zircônio ( $\text{ZrO}_2$ ), óxido de nióbio ( $\text{Nb}_2\text{O}_5$ ) e tungstato de cálcio ( $\text{Ca}_2\text{WO}_4$ ), os cimentos de silicato de cálcio têm apresentado propriedades físico-químicas e mecânicas favoráveis<sup>11</sup>.

O óxido de bismuto, presente na composição do MTA, tem sido indicado como principal componente químico envolvido na alteração de cor dental<sup>7,63,85</sup>. Quando exposto a altas temperaturas ou luz visível e ultravioleta em um ambiente livre de oxigênio, há uma dissociação do bismuto formando cristais escurecidos do metal bismuto e oxigênio<sup>16,34,85</sup>. A oxidação do óxido de bismuto desestabiliza o oxigênio em sua formulação, que reage com o dióxido de carbono e produz carbonato de bismuto que promove o escurecimento<sup>16,51,86</sup>. Assim como o colágeno presente na matriz da dentina, pode interagir com o óxido de bismuto e resultar em um precipitado escuro promovendo alteração cromática na estrutura dentária<sup>63</sup>. O mesmo acontece quando há a oxidação do bismuto e outros metais pesados em contato com hipoclorito de sódio ( $\text{NaOCl}$ ), utilizado para irrigação dos canais radiculares<sup>7,54,88</sup>. Além disso, o óxido de bismuto pode comprometer a longevidade do material, aumentando o grau de porosidade e diminuindo a resistência à compressão<sup>24</sup>. Sendo assim, a substituição do radiopacificador nos cimentos à base de silicato de cálcio tem sido indicada<sup>63</sup>.

O tungstato de cálcio é um radiopacificador alternativo ao óxido de bismuto que já foi associado ao cimento de silicato de cálcio demonstrando ter um tempo de presa, solubilidade, radiopacidade semelhante ao MTA<sup>3</sup>, porém em relação a alteração cromática não há dados na literatura. Comercialmente encontramos o tungstato de cálcio com silicato tricálcico, silicato dicálcico, aluminato tricálcico óxido de cálcio na composição do cimento MTA Repair HP (Angelus Soluções Odontológicas-Londrina, Paraná, Brasil), que apresenta propriedades mecânicas<sup>76</sup> físico-químicas e biológicas<sup>24,81</sup> similares ao MTA. Até o momento também não existem relatos na literatura que tenham investigado a capacidade de escurecimento deste material.

O óxido de nióbio é um potencial radiopacificador com excelente biocompatibilidade<sup>29,90</sup>, resistência à corrosão e desintegração<sup>90</sup> e bioatividade<sup>38,52</sup>. Quando associado a cimentos endodônticos à base de silicato de cálcio, demonstra capacidade de promover radiopacidade, além de ser bioativo e não citotóxico<sup>69,87</sup>. Entretanto não há relatos na literatura quanto à sua influência em relação a alteração cromática.

Óxido de zircônio como agente radiopacificador é proposto em diversos estudos<sup>10,18,25</sup>. Além de apresentar excelente biocompatibilidade e melhorar as propriedades mecânicas de materiais<sup>37,73</sup>, o óxido de zircônio demonstrou não fazer parte da reação de hidratação do

cimento Portland<sup>18</sup>. Quando associado ao silicato tricálcico, proporciona radiopacidade, menor tempo de presa e propriedades mecânicas superiores ao MTA<sup>42</sup>.

O óxido de zircônio é usado como agente radiopacificador de diversos materiais de silicato de cálcio como Biodentine (Septodont, Saint-Maur-des-Fossés, França), que apresenta indicações semelhantes ao MTA<sup>19,49,58</sup>. O Biodentine apresenta biocompatibilidade<sup>60</sup>, bioatividade<sup>41</sup> e menor tempo de presa em relação ao MTA<sup>53</sup>. É composto por pó com silicato tricálcico, silicato dicálcico, óxido de cálcio e carbonato de cálcio e óxido de zircônio e líquido com cloreto de cálcio e um polímero hidrossolúvel<sup>8</sup>. Biodentine promove menor ou nenhum escurecimento, demonstrando ser um material alternativo ao MTA<sup>17,54,57,66,73,76</sup>.

Kohli et al.<sup>57</sup> avaliaram a alteração cromática dental provocada pelos materiais biocerâmicos, EndoSequence RRM e Biodentine, em comparação ao MTA cinza, MTA branco, pasta triantibiótica e AH Plus. As alterações de cor foram avaliadas com espectrofotômetro (Ocean Optics, Dunedin, Flórida, EUA), imediatamente após a colocação dos materiais e após 7, 30, 60, e 180 dias. Os autores observaram uma alteração de cor significativa das estruturas dentárias provocada pela pasta triantibiótica e pelos MTAs Branco e Cinza. Os cimentos biocerâmicos não induziram alterações significativas de cor.

A alteração de cor produzida pelos cimentos Biodentine e EndoSequence em comparação ao ProRoot MTA branco, ProRoot MTA e MTA Angelus foi avaliada por Marconyak et al.<sup>66</sup> por meio de espectrofotômetro Vita EasyShade (VITA Zahnfabrik, Bad Säckingen, Alemanha). As mensurações foram realizadas antes e após a preparação de acesso; após a inserção do material; e depois de 1, 7, 30 e 60 dias, e indicaram que os cimentos Biodentine e EndoSequence promoveram menor escurecimento dentinário quando comparados ao ProRoot MTA branco, ProRoot MTA e MTA Angelus.

Keskin et al.<sup>54</sup> avaliaram a estabilidade de cor dos materiais ProRoot MTA branco, do MTA branco Angelus, do Biodentine e do BioAggregate em contato com diferentes soluções irrigadoras por 24 horas (água destilada, solução de hipoclorito de sódio (NaOCl) 5% e gluconato de clorexidina 2% (CHX). Os autores concluíram que Biodentine e o BioAggregate podem ser considerados uma alternativa mais estética em relação ao MTA.

Ramos et al.<sup>72</sup> compararam o escurecimento dentinário do ProRoot MTA e Biodentine ao longo de 1 ano. Foram utilizados pré-molares e os materiais experimentais foram condensados na coroa. Após um ano os dois cimentos promoveram a alteração de cor, sendo mais evidente para o ProRoot MTA

Beatty e Svec<sup>4</sup> avaliaram a alteração cromática dentária induzida pelo Biodentine (BD) e EndoSequence RRM (ES) em comparação com ProRoot MTA (PR). A Cor foi

avaliada por 2 meses de acordo com sistema de cor CIE L\* a\* b\* utilizando o espectrofotômetro Minolta model 221 (Minolta, Tokyo, Japão) calibrado de acordo com o fabricante antes de cada período de análise (em triplicata). BD e ES alteraram a cor da estrutura do dente bovino a um grau perceptível. Após 8 semanas, a alteração foi significativamente maior que para PR.

O NeoMTA Plus (Avalon Biomed Inc., Bradenton, Flórida, EUA) também demonstra ser uma alternativa mais estética ao MTA, não promovendo o escurecimento das estruturas dentárias<sup>16</sup>. Segundo o fabricante, o Neo MTA Plus foi desenvolvido para não promover o escurecimento ao longo do tempo. É apresentado na forma de pó: gel e consiste em silicato tricálcico, silicato dicálcico e óxido de tântalo (agente radiopacificador). Como pode ser utilizado em diferentes proporções (4:1 ou 1:1), este cimento apresenta indicações como material reparador e cimento endodôntico.

Camilleri et al.<sup>17</sup> avaliaram a alteração de cor do MTA plus, do Neo MTA plus e do Biodentine (Septodont, Saint-Maur-des-Fossés, França) na presença da solução de hipoclorito de sódio a 10%. Amostras dos materiais foram preparadas e expostas ao hipoclorito de sódio por 28 dias. A avaliação de cor foi realizada por meio de fotografia, espectrofotômetro (Minolta CM-50Bi; Minolta Co Ltda., Osaka, Japão) e análise de difração de raio-x. O CIE L\* a\* b\* foi utilizado para calcular a diferença de cor. Os autores concluíram que o NeoMTA Plus e o Biodentine não sofreram escurecimento.

Além dos cimentos reparadores, pouco são os estudos relacionados à investigação dos efeitos de alterações cromáticas induzidas por cimentos endodônticos convencionais. O AH plus (Dentsply, De Trey, Konstanz, Alemanha) é um cimento endodôntico à base de resina epóxica que apresenta propriedades seladoras de longa duração<sup>28,77</sup>, estabilidade dimensional<sup>67</sup>, adesividade<sup>75</sup>, radiopacidade<sup>40,77</sup> e ausência de alteração cromática<sup>57</sup>. Meincke et al.<sup>68</sup> avaliaram a capacidade de alteração cromática dos cimentos endodônticos AH Plus (AH), Endofill (EF), Endomethasone N (EN) e Sealer 26 (S26) por meio de espectrofotômetro VITA EasyShade (VITA Zahnfabrik, Bad Säckingen, Alemanha) antes do tratamento endodôntico, 24 h e 6 meses após o tratamento. Os autores observaram que após 6 meses, as alterações cromáticas para S26=EN > AH=EF e concluíram que os cimentos endodônticos promoveram alterações cromáticas clinicamente inaceitáveis.

El Sayed e Etemadi<sup>33</sup> também realizaram um estudo comparando o escurecimento coronário de três cimentos endodônticos. As coroas de pré-molares foram cortadas 3 mm abaixo da junção cimento-esmalte e as suas câmaras pulpares foram limpas, divididas e preenchidas (AH Plus, Apexit, Sultan). Amálgama e água destilada foram utilizados como



controles positivo e negativo, respectivamente. A cor das coroas foi mensurada utilizando Shadepilot<sup>TM</sup> espectrofotômetro (DeguDent, Hanau, Alemanha) antes e imediatamente após a colocação de materiais no interior das câmaras pulpares e após 3, 10 e 17 dias. Neste estudo, todos os cimentos investigados mostraram capacidade de induzir o escurecimento coronário progressiva após 10-17 dias.

Os cimentos endodônticos à base de silicato de cálcio utilizados na obturação de canais radiculares podem apresentar diferentes substâncias, veículos e agentes radiopacificadores que podem resultar em alterações cromáticas. O cimento MTA Fillapex é um cimento à base de MTA e, apesar de conter óxido de bismuto como agente radiopacificador, promoveu mínima alteração de cor<sup>48</sup>. A alteração de cor foi analisado por espectrofotômetro UV-VIS imediatamente após a inserção dos materiais e após 1 semana, 1 e 3 meses. Os autores observaram alterações no padrão cromático dos espécimes preenchidos com MTA Fillapex, porém esta variação de cor não ultrapassou o limiar de detecção do olho humano. É importante ressaltar que a formulação do MTA Fillapex foi recentemente modificada com tungstato de cálcio como agente radiopacificador. No entanto, ainda não existem relatos na literatura que tenham investigado os efeitos cromáticos desta nova formulação.

Forghani et al.<sup>35</sup> também realizaram estudo com o objetivo de analisar o potencial de alteração cromática dentária de dois cimentos endodônticos à base de silicato de cálcio (MTA Fillapex e iRoot SP). A avaliação da cor foi realizada antes do tratamento endodôntico, imediatamente após a inserção dos materiais avaliados e 1, 3 e 6 meses após a colocação do material utilizando o espectrofotômetro VITA EasyShade (VITA Zahnfabrik, Bad Säckingen, Alemanha). Os autores observaram que todos os cimentos causaram perceptível alteração cromática dentária, não havendo diferença estatística. Alteração de cor progrediu nos primeiros três meses e, em seguida, diminuiu até o sexto mês.

Outro cimento à base de silicato de cálcio é o Total Fill BC Sealer (FKG Dentaire SA, La Chaux-de-Fonds, Suíça). Este material apresenta óxido de zircônio como agente radiopacificador e demonstra biocompatibilidade<sup>93</sup>, ausência de citotoxicidade<sup>22</sup>, ação seladora<sup>92</sup>, ação antimicrobiana, além de pH elevado e promover a difusão de hidróxido de cálcio<sup>88</sup>, porém não há estudos relatando a alteração cromática desse material.

Sendo assim, o uso de diferentes formulações de cimentos reparadores e/ou endodônticos à base de silicato tricálcico associado a diferentes radiopacificadores pode representar uma alternativa viável de materiais que apresentam mínima influência na estética dentária. No entanto, a literatura carece de estudos que relacionem não somente a capacidade

dos diferentes agentes radiopacificadores em produzir alterações cromáticas, mas também com relação ao potencial de alteração cromática dos cimentos reparadores e dos cimentos endodônticos à base de silicato de cálcio.

## 2 PROPOSIÇÃO

### Objetivos gerais

O objetivo desse estudo foi avaliar a alteração de cor promovida por diferentes cimentos reparadores e obturadores experimentais e/ou disponíveis comercialmente à base de silicato de cálcio.

### Objetivos específicos

Esse estudo está dividido em 3 publicações:

**Publicação 1** - Avaliar os efeitos de diferentes agentes radiopacificadores (óxido de bismuto, óxido de zircônio e óxido de nióbio) associados ao cimento de silicato tricálcico na alteração de cor dentária.

**Publicação 2** - Comparar os efeitos cromáticos dentários induzidos por diferentes cimentos à base de silicato de cálcio experimentais (silicato tricálcico com óxido de bismuto e com tungstato de cálcio) e disponíveis comercialmente (MTA e MTA Repair HP).

**Publicação 3** - Estudar as alterações cromáticas dentárias induzidas por cimentos obturadores à base de silicato de cálcio (AH plus, Total Fill BC Sealer, NeoMTA Plus e MTA Fillapex).

### 3 PUBLICAÇÕES

#### 3.1 Publicação 1\*

##### **Efeito de diferentes radiopacificadores na estabilidade de cor de materiais experimentais e comerciais à base de silicato tricálcico**

###### **Resumo**

**Objetivo:** Avaliar a alteração cromática dentária promovida pelo cimento de silicato tricálcico associado aos agentes radiopacificadores óxido de bismuto ( $\text{Bi}_2\text{O}_3$ ), óxido de zircônio ( $\text{ZrO}_2$ ) e óxido de nióbio ( $\text{Nb}_2\text{O}_5$ ).

**Materiais e métodos:** Dentes bovinos (n=10) foram seccionados em hemi-seções vestibular e palatina. Cavidades na coroa e na raiz foram realizadas na face interna vestibular e preenchidas com os materiais (n=10): silicato tricálcico (TSC), associado com óxido de bismuto (TSC-Bi), óxido de nióbio (TSC-Nb), Biodentine (BD), controle negativo (cavidades sem material- CN) e controle positivo (pasta-triantibiótica-CP). Os espécimes foram armazenados à 37°C com 100% de umidade. A avaliação da cor foi realizada no baseline (T0), após a inserção dos materiais (T1) e após 7 (T7) e 15 (T15), 30 (T30), 60 (T60), 120 (T120) e 180 (T180) dias por meio do sistema de cores CIE L \* a \* b. Os dados  $\Delta E$  (alteração de cor) e de L\* (luminosidade) foram submetidos a teste de análise de variância de medidas repetidas a dois critérios e post hoc teste LSD-Fisher, ambos com nível de significância de 5%.

**Resultados:** Na porção coronária, TSC e CP apresentaram maior  $\Delta E$  em T180 comparado a T1 ( $p<0,05$ ). Os valores médios de L\* do TSC, TSC-Bi e BD foram similares ao CN. Já TSC-Zr e TSC-Nb apresentaram maiores e CP menores valores ( $p<0,05$ ). Na porção radicular, CN e CP apresentaram maior  $\Delta E$  em T1 em comparação a T180. TSC, TSC-Bi, TSC-Zr e BD tiveram valores médios de L\* (luminosidade) similares a CN. TSC-Nb mostraram maiores e CP menores valores ( $p<0,05$ ).

**Conclusão:** Ao final de 180 dias TSC, TSC-Bi, TSC-Zr, TSC-NB e BD não promoveram alterações cromáticas dentais escuras.

**Palavras chaves:** estabilidade de cor, radiopacificador, descoloramento dental, biocerâmicos.

---

\* Este artigo segue as normas do periódico Journal of Endodontics

## Introdução

O MTA é composto por aproximadamente 53,1% de silicato tricálcico e 22,5% de silicato dicálcico (1). Materiais experimentais utilizando o silicato tricálcico em sua formulação tem sido uma alternativa viável por apresentar propriedades físico-químicas e mecânicas adequadas (2) bioatividade (3) menor tempo de presa e biocompatibilidade (4). Entretanto, silicato tricálcico não apresenta radiopacidade e a adição de agentes radiopacificadores são necessários para ser utilizado como material reparador. O óxido de bismuto, agente radiopacificador presente na composição do Mineral Trióxido Agregado (MTA), pode afetar suas propriedades físico-químicas e mecânicas (5), assim como biológicas (6) e ser um dos principais responsáveis pelo escurecimento dental (7-9).

Agentes radiopacificadores alternativos ao óxido de bismuto são propostos (10). O óxido de zircônio associado ao silicato tricálcico não promove alteração de cor (6, 8, 11, 12) e apresenta propriedades mecânicas superiores ao MTA (13), além de adequadas propriedades físico-químicas (10, 14) e biológicas (6, 11, 12).

Óxido de zircônio é usado como agente radiopacificador em cimentos reparadores e obturadores. O Biodentine (Septodont, Saint-Maur-des-Fossés, França) é um cimento reparador à base de silicato de cálcio que contém óxido de zircônio. Biodentine é biocompatível (15) bioativo (11), apresenta menor tempo de presa que o MTA (16) e não promove o escurecimento dental (17-19).

Óxido de nióbio é um outro radiopacificador com potencial para uso devido à sua biocompatibilidade (20, 21), resistência à corrosão e desintegração (21) e bioatividade (22, 22). Quando associado a cimentos endodônticos à base de silicato de cálcio é bioativo e não citotóxico (24) e proporciona radiopacidade. Não existe na literatura dados sobre sua influência na alteração de cor dentária.

A espectrofotometria é método padrão-ouro para avaliação de cor na odontologia (9, 17, 19, 25), por permitir avaliação quantitativa de cores com uso de padrões constantes (19). O método é sensível à pequenas mudanças de luz e permite a repetitividade e objetividade dos dados (26).

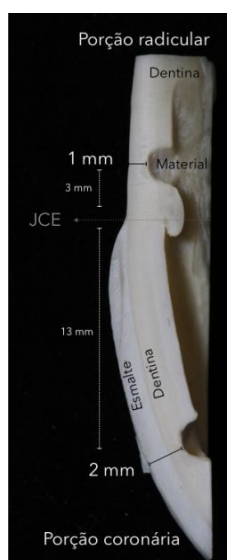
A associação de radiopacificador e cimento de silicato tricálcico representa uma alternativa viável de material reparador. No entanto, além do óxido de zircônio outros radiopacificadores devem ser avaliados sem promover alterações na estética dental. O objetivo desse estudo foi avaliar os efeitos de diferentes agentes radiopacificadores associados

ao silicato tricálcico na alteração cromática dentária. A hipótese nula testada foi que não há a alteração cromática escura promovida pelos materiais avaliados no período de 180 dias.

## **Materiais e Métodos\***

### *Preparo dos espécimes*

Duzentos incisivos bovinos extraídos, hígidos, com completa formação radicular e sem calcificações pulpares foram seccionados 1 cm acima da junção cimento-esmalte (JCE). Em seguida, foram seccionados longitudinalmente em máquina de corte Isomet 1000 (BUEHLER Ltda., Lake Bluff, IL, EUA) em hemi-seções vestibular e a palatina. Na face interna da hemi-seção vestibular foram realizadas duas cavidades, com diâmetro de 2 mm, uma na porção radicular, 3 mm abaixo da junção cimento-esmalte, e outra na porção coronária, 13 mm acima da JCE, utilizando broca 3100 (KG Sorensen -Medical Burs Indústria e Comercio de Produtos Abrasivos LTDA, Cotia, SP, Brasil) em alta rotação (Dabi Atlante Indústrias Médico Odontológicas Ltda., Ribeirão Preto, SP, Brasil). A espessura remanescente de esmalte/dentina coronal foi padronizada em 2 mm e dentina radicular em 1 mm (Figura 1). As cavidades foram limpas utilizando 2mL de hipoclorito de sódio 2,5% durante 10 minutos, 2 mL de EDTA 17% durante 3 minutos para remoção da “smear layer” e 5mL de água destilada e posteriormente secas com papel absorvente.



**Figura 1-** Esquema das cavidades realizadas em nível coronário e radicular com remanescente esmalte/dentina padronizada em 2 mm e dentina radicular em 1 mm respectivamente.

Os espécimes foram distribuídos de acordo com o material (n=10). Como controle negativo foram utilizadas cavidades vazias e como controle positivo cavidades preenchidas com pasta triantibiótica (27). Após o preenchimento das cavidades com os materiais, as hemiseções foram reposicionadas e mantidas unidas com auxílio de um adesivo à base de resina epóxi (Araldite, Brascola, Joinville, SP, Brasil). Os espécimes foram armazenados em uma estufa a 37° C com 100% de umidade, em recipientes com gazes umedecidas e removidos para imediata mensuração da cor e luminosidade. A composição dos materiais está descrita na Tabela 1.

**Tabela 1-** Controle, materiais experimentais e disponíveis comercialmente, composição e fabricante.

<b>Materiais (Siglas) e proporções</b>	<b>Composição</b>	<b>Fabricante</b>
CN	Cavidades vazias (sem material)	-
CP (1:1:1)	Pasta triantibiótica (Antibióticos: ciprofloxacina, minociclina e metronidazol Veículos: propilenoglicol e macrogol- polietilenoglicol 400 e 4000).	Ciprofloxacina (Sandoz, Holzkirchen, Alemanha), Metronidazol (Sanofi-Aventis, Frankfurt Alemanha), Minociclina (Spirig, Pharma AG, Egerkingen, Suíça)
TSC (1g/330µL)	Pó: silicato tricálcico Líquido: água destilada	Mineral Research Processing, Meyzieu, França
TCS-Bi (1g/330µL)	Pó: silicato tricálcico +20% óxido de bismuto (Sigma Aldrich, St Louis, MO, EUA) Líquido: água destilada	FOAr-Unesp, Araraquara, SP, Brasil
TCS-Zr (1g/330µL)	Cimento de silicato tricálcico + 30% óxido de zircônia (Sigma Aldrich, St Louis, MO, EUA) Líquido: água destilada	FOAr-Unesp, Araraquara, SP, Brasil
TCS-Nb (1g/420µL)	Cimento de silicato tricálcico +30% óxido de nióbio (CBMM, Companhia Brasileira de Metalurgia e Mineração, Araxá, MG, Brasil) Líquido: água destilada	FOAr-Unesp, Araraquara, SP, Brasil

BD (0,7g/ 6 gotas)	Pó de silicato tricálcico, silicato dicálcico, óxido de cálcio, carbonato de cálcio, óxido de zircônio, óxido de ferro Líquido: cloreto de cálcio, o polímero solúvel em água.	Septodont, Saint-Maur-des-Fossés, França
-----------------------	---	--

CN: Controle negativo, CP: Controle positivo, TSC: Cimento de silicato tricálcico, TSC-Bi: Cimento de silicato tricálcico com óxido de bismuto, TSC-Zr: Cimento de silicato tricálcico com óxido de zircônio, TSC-Nb: Cimento de silicato tricálcico com óxido de nióbio, BD: Biodentine.

### *Análise espectrofotométrica*

A alteração de cor e luminosidade dos espécimes foram determinadas utilizando os dados fornecidos pelo espectrofotômetro de reflectância VITA EasyShade Advance 4.0 (VITA Zahnfabrik, Bad Säckingen, Alemanha). Para padronização do posicionamento do espectrofotômetro durante as leituras de cor foram confeccionados moldes de silicone de condensação individuais (Figura 2) para cada amostra com duas aberturas de 2 mm de diâmetro permitindo a padronização do posicionamento da ponta do leitor EasyShade.



**Figura 2** – Dente bovino abaixo do molde de silicone de condensação

A cor e a luminosidade foram mensuradas antes da inserção dos materiais (T0), imediatamente após a inserção (T1) e após 7 dias (T7), 15 (T15), 30 (T30), 60 (T60), 120 (T120) e 180 (T180) dias pelo mesmo operador em uma sala fechada com luz artificial.

Em cada período de tempo, o espectrofotômetro foi calibrado antes da medição seguindo as instruções do fabricante. A medição da cor foi realizada posicionando a ponta de



leitura do equipamento perpendicular à superfície da amostra, com auxílio de um dispositivo padronizador (Figura 3). Cada mensuração foi repetida 3 vezes para todos os grupos experimentais e as alterações cromáticas foram calculadas com base em valores de  $\Delta E$  obtidos pela fórmula proposta pela Comissão Internacional l'Éclairage (CIE):

$$\Delta E = [(\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2]^{1/2}.$$

Onde  $\Delta E$  representa o total da diferença de cor entre duas espécimes,  $\Delta L^*$  a mudança de luminosidade, quantidade de reflexão de luz de uma cor, podendo variar entre o branco absoluto ( $L= 100$ ) até o preto absoluto ( $L = 0$ ) numa sequência crescente de tons de cinza,  $\Delta a$  a mudança no parâmetro vermelho-verde e  $\Delta b$  a alteração no parâmetro amarelo-azul.



**Figura 3** - Espectrofotômetro VITA EasyShade Advance 4.0 posicionado no dispositivo para padronização da mensuração da alteração cromática.

### *Análise estatística*

As análises estatísticas foram realizadas no programa IBM SPSS Statistics versão 20 (IBM Corporation, Armonk, NY, EUA). Os dados de  $\Delta E$  (alteração de cor) e luminosidade foram tabulados e submetidos aos testes de normalidade (Shapiro-Wilk) e homogeneidade de variância (Levene), sendo divididos em amostras da coroa e amostras da raiz. Considerando que as pressuposições para a aplicabilidade de testes paramétricos foram aceitas, os dados de cada artigo, nas condições coroa ou raiz, foram submetidos às Análises de Variância de medidas repetidas a dois critérios (2-way ANOVA; com os critérios *Material* e *Período da análise*), adotando-se nível de significância de 5,0 %. A partir da interpretação dos valores de  $P$  das análises de esfericidade de Mauchly, verificou-se, para todas as condições de análise, a necessidade de correção por Greenhouse-Geisser. Em todas as situações a interação *Material X Período da análise* apresentou efeito significativo ( $p < 0,05$ ), sendo aplicado o Post Hoc

teste LSD (Least Significant Difference – Fisher), em nível de significância de 5,0%, para avaliar o efeito dessa interação por meio da comparação aos pares entre as diferentes condições experimentais.

### **Resultados**

O  $\Delta E$  dos materiais experimentais na coroa e raiz estão apresentados na Tabela 2. Na porção coronária, TSC e CP tiveram um aumento do  $\Delta E$  em T180 comparado a T1 ( $p < 0,05$ ). CN, TSC-Bi, TSC-Zr, TSC-Nb e BD apresentaram  $\Delta E$  em T180 sem diferença estatística comparado em T1 ( $p \geq 0,05$ ). Já na porção radicular CN e CP tiveram um  $\Delta E$  maior em T1 comparado a T180 ( $p < 0,05$ ) e TSC, TSC-Bi, TSC-Zr, TSC-Nb e BD similares ( $p \geq 0,05$ ).

Os valores de luminosidade ( $L^*$ ) na coroa e raiz estão apresentados na Tabela 3. Na porção coronária TSC-Bi e BD tiveram valores médio de  $L^*$  similares ao CN ( $p \geq 0,05$ ). CP apresentou valores menores ( $p < 0,05$ ) e TSC-Zr e TSC-Nb maiores ( $p < 0,05$ ). Na porção radicular TSC, TSC-Bi, TSC-Zr e BD apresentaram valores médios de  $L^*$  similares ao CN ( $p \geq 0,05$ ), TSC-Nb apresentou valores maiores ( $p < 0,05$ ) e CP menores ( $p < 0,05$ ). A medida que os valores médios de  $L^*$  tendem a diminuir, as amostras ficam mais próximo ao preto absoluto, ou seja mais escurecida.

Tabela 2- Médias dos valores de  $\Delta E$  mensurados nas coroas e raízes dentárias para as diferentes condições experimentais

Material	Período de Análise						
	Coroa						
	T1	T7	T15	T30	T60	T120	T180
CN	2,89 Aab	2,30 Aa	3,65 ABCab	4,96 ABb	4,83 Ab	5,42 Ab	5,73 Ab
CP	4,92 ABa	12,4 Db	13,21 Eb	13,63 Eb	19,92 Dc	26,95 Cd	27,02 Cd
TSC	4,50 ABab	4,61 Ba	3,11 ABa	9,47 CDc	9,36 BCc	6,77 Abc	8,08 Ac
TSC-Bi	5,52 Bcd	4,25 ABbc	2,68 Aab	2,67 Aa	3,97 Abc	6,60 Ad	5,71 Acd
TSC-Zr	3,37 ABa	4,89 BCab	5,01 Cab	7,35 BCc	12,17 Cd	6,80 Abc	5,42 Aabc
TSC-NB	3,83 ABa	7,05 Cbc	4,93 BCa	10,89 Dd	11,35 BCd	8,57 ABc	4,71 Aab
BD	11,46 Ccd	4,20 ABa	7,20 Db	8,35 CDb	8,96 Bbc	11,50 Bd	13,40 Bd
Material	Raíz						
	T1	T7	T15	T30	T60	T120	T180
	CN	2,98 Aa	5,87 Ab	6,81 ABb	8,18 Ab	6,29 Aab	8,46 Ab
CP	9,69 Ba	20,48 Db	22,50 Eb	26,97 Dc	34,78 Dd	40,11 De	45,80 Df
TSC	10,18 Bbc	9,83 Bb	4,99 Aa	21,16 Cd	24,27 Ce	14,25 BCc	13,85 BCc
TSC-Bi	5,74 Aa	7,68 ABab	10,15 BCb	10,24 Ab	10,58 Ab	9,12 Aab	9,23 ABab
TSC-Zr	10,79 Bab	10,06 Ba	13,36 CDb	16,87 BCc	23,66 Cd	14,90 BCbc	13,49 BCab
TSC-NB	10,44 Bab	14,88 Cc	14,27 Dc	18,61 BCd	21,31 Cd	13,37 ABbc	10,11 ABCa
BD	16,29 Cbc	8,80 ABa	15,46 Db	16,00 Bbc	16,11 Bbc	18,76 Cc	14,43 Cb

CN: Controle negativo, CP: Controle positivo, TSC: Cimento de silicato tricálcico, TSC-Bi: Cimento de silicato tricálcico com óxido de bismuto, TSC-Zr: Cimento de silicato tricálcico com óxido de zircônio, TSC-Nb: Cimento de silicato tricálcico com óxido de nióbio, BD: Biodentine.

\*Letras maiúsculas diferentes, no sentido vertical, e minúsculas diferentes, no sentido horizontal, indicam valores de média estatisticamente diferentes entre si ( $p < 0,05$ ).

Tabela 3- Médias dos valores de luminosidade mensurados nas coroas e raízes dentárias para as diferentes condições experimentais

Material	Período de Análise						
	Coroa						
	T1	T7	T15	T30	T60	T120	T180
CN	100 Aa	100 Aa	100 Aa	100 Aa	95,85 Bb	94,18 Bb	94,22 CDb
CP	99,51 ABa	88,68 Cc	88,16 Ccd	87,48 Bd	81,26 Ce	72,59 Cf	72,25 Ef
TSC	99,89 ABa	96,99 Bc	97,64 Bbc	98,99 Aab	96,91 ABcd	94,76 Be	94,80 BCde
TSC-Bi	99,42 ABa	99,48 Aa	100 Aa	99,96 Aa	99,70 Aa	96,17 Bb	96,49 ABCb
TSC-Zr	99,69 ABa	98,91 ABab	99,75 Aa	98,13 Aab	97,81 ABabc	96,60 ABc	97,04 ABbc
TSC-NB	99,83 ABab	98,08 ABbc	99,68 Aa	98,02 Aabc	97,89 ABabc	95,33 Bd	97,32 Ac
BD	98,78 Ba	96,74 Bb	100 Aa	100 Aa	96,16 Bb	99,18 Aa	92,28 Dc
Material	Raíz						
	T1	T7	T15	T30	T60	T120	T180
	CN	88,77 BCab	88,73 BCab	86,24 Cb	88,62 Aab	91,15 Aa	89,47 Aab
CP	88,07 BCa	76,97 Eb	69,35 Dc	70,35 Bc	57,84 Ed	54,3 Cd	49,81 Ce
TSC	89,95 BCbc	92,68 ABab	93,62 Aa	84,87 Ad	78,49 De	85,07 ABd	85,98 Bcd
TSC-Bi	91,53 ABab	88,27 Cab	91,83 ABa	88,35 Aab	88,55 ABab	88,10 Aab	87,35 ABb
TSC-Zr	87,65 BCb	93,03 Aa	87,60 BCb	85,79 Ab	79,07 CDc	85,64 ABb	85,78 Bb
TSC-NB	86,32 Cbc	83,49 Dcd	85,55 Cc	84,71 Ac	80,13 CDd	86,87 ABc	90,58 Aab
BD	95,16 Aa	93,50 Aab	84,29 Cc	86,29 Ac	84,35 BCc	83,04 Bc	84,78 Bc

CN: Controle negativo, CP: Controle positivo, TSC: Cimento de silicato tricálcico, TSC-Bi: Cimento de silicato tricálcico com óxido de bismuto, TSC-Zr: Cimento de silicato tricálcico com óxido de zircônio, TSC-Nb: Cimento de silicato tricálcico com óxido de nióbio, BD: Biodentine.

\*Letras maiúsculas diferentes, no sentido vertical, e minúsculas diferentes, no sentido horizontal, indicam valores de média estatisticamente diferentes entre si ( $p < 0,05$ ).

## Discussão

A avaliação da alteração cromática por meio do espectrofotômetro Vita EasyShade Advance 4.0 (VITA Zahnfabrik, Bad Säckingen, Alemanha) foi utilizada no presente estudo por ser sensível a pequenas alterações de cor, e proporcionar dados objetivos (28). O sistema CIE  $L^* a^* b^*$  é um arranjo internacional para padronização de cor reconhecido pela ISO (28) e usado para avaliação numérica de cores (18, 19, 28). Dentes bovinos são utilizados para avaliação de alteração cromática, devido a facilidade na obtenção dos espécimes, pois a dentina coronária dos dentes bovinos não difere significativamente dos dentes humanos em relação à densidade e diâmetro dos túbulos (29). Além disso há uma maior facilidade na padronização das análises, considerando a facilidade na obtenção de coroas híbridas e com superfícies planas (8).

A interação do óxido de bismuto com alguns fatores como luz visível ou ultravioleta, ausência de oxigênio ou contato com hipoclorito de sódio ou colágeno, promovem a formação de cristais de metais de bismuto escurecidos. Sendo considerado principal componente responsável pelo escurecimento (7-9, 30). Embora haja esta associação do óxido de bismuto ao processo de escurecimento dental, o presente estudo mostrou que a associação TSC-Bi ao final de 180 dias, apresentou valores médios de  $L^*$  similares ao CN na porção coronária e radicular, não promovendo alteração cromática escura. Uma possível justificativa para tal resultado é o uso do TSC puro associado ao óxido de bismuto. Durante o processo de fabricação, MTA e Cimento Portland podem apresentar contaminação com metais pesados (31). Além disso no estudo, havia a presença de oxigênio, já que as cavidades não estavam seladas. A ausência de oxigênio pode influenciar a alteração de cor pelo bismuto (9). Desta forma, o escurecimento pode estar relacionado à presença de componentes não reagidos ou à corrosão dos mesmos ao interagirem quimicamente com a dentina (32) e a interação do óxido de bismuto com alguns fatores (7-9).

Formosa et al. (33) avaliaram a superfície e microestrutura do Cimento Portland e do cimento de silicato tricálcico puro, ambos associados ou não ao óxido de bismuto. Os autores observaram que o cimento de silicato tricálcico apresentou maior bioatividade e que a quantidade de óxido de bismuto lixiviado em solução foi mínima, indicando ausência de segregação. Isso pode ter relação

com o processo de hidratação do TSC. Camilleri (34) observou que o Cimento Portland e TSC produziram hidróxido de cálcio, sendo que TSC produziu mais silicato de cálcio hidratado. Nossos resultados corroboram com o estudo de Marciano et al. (35) que observaram que a adição de uma maior proporção de óxido de bismuto ao cimento de silicato de cálcio não resultou em um aumento do escurecimento dental.

TSC não promoveu alteração cromática quando comparado T1 e T180 na porção radicular, porém na porção coronária foi observado um  $\Delta E$  maior em T180. Isso significa que ao fazer a mensuração da variação de cor nessas regiões a transmissão da luz na presença do esmalte-dentina remanescente na coroa em relação a dentina radicular foram distintas, visto que o espectrofotômetro mede a reflexão espectral da luz. Além disso as diferentes espessuras remanescentes de esmalte/dentina coronária e dentina radicular definidas na metodologia pode ter influenciado na mensuração. Entretanto quando analisamos os valores médios de  $L^*$  comparado com o CN observamos que os valores foram similares, sugerindo o não escurecimento das estruturas dentárias (34).

Os valores médios de  $L^*$  da associação TSC-Zr na porção radicular foi similar ao CN. Já na porção coronária esse valor foi maior que CN, demonstrando ser um material que não promove o escurecimento dental, e pode promover clareamento na porção coronária. O óxido de zircônio é inerte na reação de hidratação. Após a reação do TSC-Zr há mínimos vestígios da presença do óxido de zircônio, indicando uma completa hidratação, diminuindo a interação entre componentes não reagidos ou estruturas dentárias (36).

A viabilidade estética do BD por não promover o escurecimento dental é demonstrada (17-19, 36). No presente estudo, BD também não promoveu escurecimento em ambas as regiões, visto que não houve alteração cromática em T180 comparado a T1 e os valores médio de  $L^*$  foram similares ao CN. BD é um cimento com à base de silicato tricálcico com óxido de zircônio, além de outros componentes em sua composição. BD possui uma hidratação mais rápida que TSC-Zr e uma microestrutura mais densa (11), sendo menos propicio a interação dos componentes e consequentemente uma possível influência na cor.

Óxido de nióbio tem sido utilizado em materiais odontológicos por apresentar excelentes propriedades físico-química e biológicas (20-23). TSC-Nb não apresentou alteração cromática ao final de 180 dias em ambas regiões, porém

ao analisarmos os valores médios de  $L^*$  foi observado um valor maior que CN em ambas as regiões, sugerindo um clareamento. Não há dados na literatura relacionado a alteração cromática promovido pelo óxido de nióbio, assim o mecanismo que possa ter levado esse clareamento ainda é indefinido. Ainda são necessários estudos adicionais para verificar a interação desse radiopacificador com os materiais utilizados rotineiramente no tratamento endodôntico. No entanto, a associação entre óxido de nióbio e silicato tricálcio é esteticamente viável.

Sabe-se que o escurecimento dental provocado por pastas triantibiótica é devido a minociclina (37). Utilizada em estudos que avaliam a alteração de cor, devido o escurecimento (19), CP apresentou maior variação cromática ao final de T180 e um valor  $L^*$  médio menor que CN, mais próximo ao preto ( $L=0$ ), mostrando o escurecimento ao longo do tempo.

Neste estudo foi realizado análise de cor dos materiais em porções com esmalte/dentina e apenas dentina radicular. O conhecimento do efeito cromático dos materiais em diferentes regiões dentárias é importante devido as diversas indicações dos materiais. A presença da translucidez do esmalte na coroa e sua ausência na raiz pode influenciar na alteração cromática do material. Conhecer como o material irá se comportar em determinada área nos permite ter mais domínio quanto a sua indicação.

O presente estudo apresenta informações significativas de materiais experimentais à base silicato tricálcico e possíveis radiopacificadores em relação à sua capacidade de alterar a coloração dental. A hipótese nula testada foi aceita visto que não houve escurecimento dos materiais após 180 dias.

## **Conclusão**

Ao final de 180 dias, todos os materiais apresentaram-se esteticamente viáveis. TSC-Zr na porção coronária e TSC-Nb em ambas as regiões promoveram clareamento dos espécimes

## Referências

1. Camilleri J, Montesin FE, Brady K, Sweeney R, Curtis RV, Ford TR. The constitution of mineral trioxide aggregate. *Dent Mater.* 2005; 21(4): 297-303.
2. Bosso-Martelo R, Guerreiro-Tanomaru JM, Viapiana R, Berbert FL, Basso Bernardi MI, Tanomaru-Filho M. Calcium Silicate-Based Cements Associated with Micro- and Nanoparticle Radiopacifiers: Physicochemical Properties and Bioactivity. *Int Sch Res Notices.* 2015; 2015: 874283.
3. Chen CC, Ho CC, David Chen CH, Ding SJ. Physicochemical properties of calcium silicate cements for endodontic treatment. *J Endod.* 2009; 35(9):1288-91.
4. Huan Z, Chang J. Study on physicochemical properties and in vitro bioactivity of tricalcium silicate-calcium carbonate composite bone cement. *J Mater Sci Mater Med.* 2008; 19(8): 2913-8.
5. 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.
6. 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.
7. Berger T, Baratz AZ, Gutmann JL. In vitro investigations into the etiology of mineral trioxide tooth staining. *J Conserv Dent.* 2014; 17 (6): 526-30.
8. Marciano MA, Costa RM, Camilleri J, Mondelli RF, Guimaraes BM, Duarte MA. Assessment of color stability of white mineral trioxide aggregate angelus and bismuth oxide in contact with tooth structure. *J Endod.* 2014; 40(8): 1235-40.
9. Valles M, Mercade M, Duran-Sindreu F, Bourdelande JL, Roig M. Influence of light and oxygen on the color stability of five calcium silicate-based materials. *J Endod.* 2013; 39(4): 525-8.
10. Marciano MA, Camilleri J, Costa RM, Matsumoto MA, Guimaraes BM, Duarte MAH. Zinc Oxide Inhibits Dental Discoloration Caused by White Mineral Trioxide Aggregate Angelus. *J Endod.* 2017; 43(6):1001-7.
10. Camilleri J, Gandolfi MG. Evaluation of the radiopacity of calcium silicate cements containing different radiopacifiers. *Int Endod J.* 2010; 43(1): 21-30.
11. 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.



12. Saldana L, Mendez-Vilas A, Jiang L, Multigner M, Gonzalez-Carrasco JL, Perez-Prado MT, et al. In vitro biocompatibility of an ultrafine grained zirconium. *Biomaterials*. 2007; 28 (30): 4343-54.
13. 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.
14. 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.
15. Laurent P, Camps J, De Meo M, Dejou J, About I. Induction of specific cell responses to a Ca(3)SiO(5)-based posterior restorative material. *Dent Mater*. 2008; 24(11): 1486-94.
16. Kaup M, Schafer E, Dammaschke T. An in vitro study of different material properties of Biodentine compared to ProRoot MTA. *Head Face Med*. 2015; 11: 16.
17. Camilleri J. Staining Potential of Neo MTA Plus, MTA Plus, and Biodentine Used for Pulpotomy Procedures. *J Endod*. 2015 ;41(7): 1139-45.
18. Keskin C, Demiryurek EO, Ozyurek T. Color stabilities of calcium silicate-based materials in contact with different irrigation solutions. *J Endod*. 2015; 41(3): 409-11.
19. Kohli MR, Yamaguchi M, Setzer FC, Karabucak B. Spectrophotometric Analysis of Coronal Tooth Discoloration Induced by Various Bioceramic Cements and Other Endodontic Materials. *J Endod*. 2015; 41(11): 1862-6.
20. Denry IL, Holloway JA, Nakkula RJ, Walters JD. Effect of niobium content on the microstructure and thermal properties of fluorapatite glass-ceramics. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2005; 75(1): 18-24.
21. Ward LPS, K.N.; Wilks, T.P. The Role of Refractory Element Based Coatings on the Tribological and Biological Behaviour of Orthopaedic Implants. *J Mater Process Tech*. 1996; 56(1-4): 364-74.
22. Godley R, Starosvetsky D, Gotman I. Bonelike apatite formation on niobium metal treated in aqueous NaOH. *J Mater Sci Mater Med*. 2004; 15(10): 1073-7.
23. Karlinsey RL, Hara AT, Yi K, Duhn CW. Bioactivity of novel self-assembled crystalline Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> microstructures in simulated and human salivas. *Biomed Mater*. 2006; 1(1): 16-23.
24. Viapiana R, Flumignan DL, Guerreiro-Tanomaru JM, Camilleri J, Tanomaru-Filho M. Physicochemical and mechanical properties of zirconium

oxide and niobium oxide modified Portland cement-based experimental endodontic sealers. *Int Endod J.* 2014; 47(5): 437-48.

25. Sproull RC. Color matching in dentistry. Part II. Practical applications of the organization of color. *J Prosthet Dent.* 1973; 29: 556–66.

26. Khokhar ZA, Razzoog ME, Yaman P. Color stability of restorative resins. *Quintessence Int.* 1991; 22(9): 733-7.

27. Trope M. Regenerative potential of dental pulp. *Pediatr Dent;* 2008; 30 (3): 206-10.

28. Wang C, Li Y, Wang X, Zhang L, Tiantang, Fu B. The enamel microstructures of bovine mandibular incisors. *Anat Rec (Hoboken).* 2012; 295(10): 1698-706.

29. Camilleri J. Color stability of white mineral trioxide aggregate in contact with hypochlorite solution. *J Endod.* 2014; 40(3): 436-40.

30. Achternbosch M, Bräutigam KR, Hartlieb N, Kupsch C, Richers U, Stemmermann P (2003) Heavy metals in cement and concrete resulting from the co-incineration of wastes in cement kilns with regard to the legitimacy of waste utilisation. Karlsruhe: Umweltbundesamt. 2003

31. Ahmed HM, Abbott PV. Discolouration potential of endodontic procedures and materials: a review. *Int Endod J.* 2012; 45(10): 883-97.

32. Formosa LM1, 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.

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

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

35. 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.

36. Ramos JC, Palma PJ, Nascimento R, Caramelo F, Messias A, Vinagre A, et al. 1-year In Vitro Evaluation of Tooth Discoloration Induced by 2 Calcium Silicate-based Cements. *J Endod.* 2016; 42(9): 1403-7.

37. Cheek CC, Heymann HO. Dental and oral discolorations associated with minocycline and other tetracycline analogs. *J Esthet Dent.* 1999; 11(1): 43–8.

### 3.2 Publicação 2\*

**Estabilidade de cor de materiais experimentais e comerciais à base de silicato tricálcico.**

#### Resumo

**Objetivo:** comparar as alterações cromáticas promovidas por cimentos experimentais à base silicato tricálcico (TSC) com óxido de bismuto (TSC-Bi) e tungstato de cálcio (TSC-TC) e comerciais, MTA Angelus (MTA) e MTA Repair HP (MTAHP).

**Materiais e métodos:** Cavidades na porção radicular e coronária de dentes bovinos seccionados foram preenchidas com os materiais (n=10): MTAHP, MTA, TSC-Bi e TSC-TC, além do controle negativo (CN- cavidades sem material) e controle positivo (CP-pasta triantibiótica). Os espécimes foram mantidos à 37°C com 100% de umidade. A cor foi avaliada antes (T0) e após a inserção dos materiais (T1), após 7 (T7), 15 (T15), 30 (T30), 60 (T60), 120 (T120) e 180 (T180) dias com o sistema de cores CIE L \* a \* b \*. Os dados foram submetidos a teste de análise de variância de medidas repetidas a dois critérios e post hoc teste LSD-Fisher, ambos com nível de significância de 5%.

**Resultados:** TSC-Bi e TSC-TC não mostraram  $\Delta E$  (alteração de cor) diferentes nos períodos T1 e T180 ( $p \geq 0,05$ ), assim como os valores médios de L\* (luminosidade) foram similares ao CN ( $p \geq 0,05$ ), na porção coronária. Na porção radicular os  $\Delta E$ s em T1 do MTA, TSC-Bi e TSC-TC também não tiveram diferença em relação a T180 ( $p \geq 0,05$ ), porém foram observados valores médios de L\* menor que CN para MTA e CP.

**Conclusão:** MTAHP, TSC-Bi e TSC-TC não promoveram o escurecimento dental após 180 dias. MTA produz alteração cromática escura.

**Palavras chaves:** Cimentos à base de silicato de cálcio, cor, materiais endodônticos, descoloração dental.

---

\* Artigo nas normas do periódico *International Endodontic Journal*.

## Introdução

O escurecimento dental observado para o Mineral Trióxido Agregado (MTA) está relacionado com sua composição química, em especial ao radiopacificador óxido de bismuto (Valles et al. 2013; Berger et al. 2014; Marciano et al. 2014). A influência de luz visível e ultravioleta (Vallés et al. 2013; Camilleri 2014), ou a superoxidação ao contato com hipoclorito de sódio (Camilleri 2014) e/ou a interação com o colágeno da matriz da dentina (Marciano et al. 2014) são possíveis mecanismos para alteração cromática promovida pelo óxido de bismuto. Novos materiais reparadores com diferentes agentes radiopacificadores, como óxido de zircônio, óxido de tântalo e tungstato de cálcio são propostos com o objetivo de evitar o escurecimento dental (Marconyak et al. 2016).

O cimento de Portland associado ao tungstato de cálcio apresenta citocompatibilidade (Gomes Cornelio et al. 2011), radiopacidade (Hungaro Duarte et al. 2009), resistência à compressão (Tanomaru-Filho et al. 2012) ação antimicrobiana (Guerreiro-Tanomaru et al. 2012), pH alcalino, liberação de íons de cálcio similar ao MTA (Hungaro Duarte et al. 2012). MTA Repair HP é um material reparador de silicato de cálcio com tungstato de cálcio desenvolvido com objetivo de melhorar manipulação e evitar descoloração dental (Angelus® Indústria de Produtos Odontológicos S/A). Não existe na literatura dados sobre a sua influência na alteração de cor dentária. MTA Repair HP é um material reparador com propriedades mecânicas (Silva et al. 2016) físico-químicas e biológicas (Cintra et al. 2017; Tomas-Catala et al. 2017) similares ao MTA.

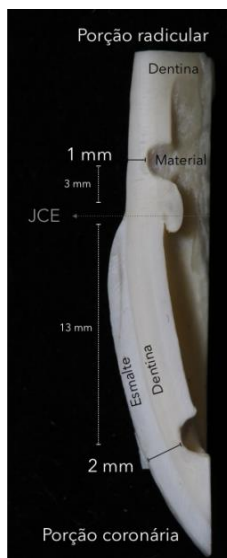
Um dos métodos de mensuração cromática mais utilizados é a espectrofotometria por permitir avaliação numérica de cores e promover dados objetivos (Kohli et al., 2015). O uso de dentes bovinos permite uma maior padronização dos espécimes, sendo semelhante aos dentes humanos em densidade e diâmetro dos túbulos dentinários (Wang et al., 2012).

O objetivo desse estudo foi avaliar a alteração cromática dentária de diferentes cimentos à base de silicato de cálcio experimentais e comerciais (MTA Angelus e MTA Repair HP). A hipótese nula testada foi que não há diferença significativa no potencial de escurecimento entre os materiais avaliados no período de até 180 dias.

## **Materiais e métodos**

### *Preparação dos espécimes*

Raízes de incisivos bovinos hígidos foram seccionadas 1 cm acima da junção cimento-esmalte (JCE) para padronização dos espécimes e cortados longitudinalmente com auxílio da máquina de corte Isomet 1000 (BUEHLER Ltda., Lake Bluff, IL, EUA), para obtenção de hemi-seções vestibular e a palatina. Na face interna da hemi-seção vestibular, broca 3100 (KG Sorensen -Medical Burs Indústria e Comercio de Produtos Abrasivos LTDA, Cotia, SP, Brasil) em alta rotação (Dabi Atlante Indústrias Médico Odontológicas Ltda., Ribeirão Preto, SP, Brasil) foi utilizada para realização de duas cavidades, com diâmetro de 2 mm, uma na porção radicular, 3 mm abaixo do junção cimento-esmalte (JCE) e outra na porção coronária, 13 mm acima da JCE. A espessura remanescente de esmalte/dentina coronal e radicular foi padronizada em 2 mm e 1 mm, respectivamente (Figura 1).



**Figura 1-** Esquema das cavidades realizadas em nível coronário e radicular com remanescente esmalte/dentina padronizada em 2 mm e dentina radicular em 1 mm respectivamente.

Um protocolo de limpeza utilizando 2mL de hipoclorito de sódio 2,5% durante 10 minutos, 2 mL de EDTA 17% durante 3 minutos e 5mL de água destilada e posteriormente papéis absorventes para secagem dos espécimes foram utilizados. Os materiais foram proporcionados, manipulados segundo as instruções dos fabricantes, inserido no interior das cavidades e distribuídos de acordo com o material (n=10). Como controle negativo foram utilizadas cavidades vazias e como controle positivo cavidades preenchidas com pasta triantibiótica (Trope. 2008). Após o preenchimento das cavidades com os materiais, os fragmentos foram reposicionados de forma a permanecerem justapostos com auxílio de um adesivo à base de resina epóxi (Araldite, Brascola, Joinville, SP, Brasil) e armazenados em uma estufa a 37° C com 100% de umidade, em recipientes com gazes umedecidas, na qual os espécimes eram removidos da estufa para imediata mensuração da cor e luminosidade. A composição dos materiais está descrita na Tabela 1.

**Tabela 1-** Controle, materiais experimentais e disponíveis comercialmente, composição e fabricante

<b>Materiais (Siglas) e proporções</b>	<b>Composição</b>	<b>Fabricante</b>
CN	Cavidades vazias (sem material)	-
CP (1:1:1)	Pasta triantibiótica: ciprofloxacina, minociclina e metronidazol; veículos: propilenoglicol e macrogol- polietilenoglicol 400 e 4000)	Ciprofloxacina (Sandoz, Holzkirchen, Alemanha), Metronidazol (Sanofi-Aventis, Frankfurt Alemanha), Minociclina (Spirig, Pharma AG, Egerkingen, Suíça)
MTA HP (1,2 g/480µL)	Pó: Silicato tricálcico, silicato dicálcico, aluminato tricálcico, óxido de cálcio e tungstato de cálcio. Líquido: água e plastificante.	Angelus Soluções Odontológicas, Londrina, Brasil
MTA (1g/330µL)	Pó: silicato dicálcico, óxido de potássio, óxido de alumínio, óxido de sódio, óxido de ferro, óxido sulfúrico, óxido de cálcio, óxido de bismuto e óxido de magnésio Líquido: água destilada	Angelus Soluções Odontológicas, Londrina, Brasil
TSC-Bi	Pó: silicato tricálcico + 20% óxido de bismuto (Sigma Aldrich, St Louis, MO, USA) Líquido: água destilada	FOAr-Unesp, Araraquara, SP, Brasil
TSC-TC (1g/330µL)	Pó: silicato tricálcico + 30% tungstato de cálcio (Sigma Aldrich, St Louis, MO, USA) Líquido: água destilada	FOAr-Unesp, Araraquara, SP, Brasil

CN: Controle negativo, CP: Controle positivo, MTAHP: MTA Repair HP, MTA: MTA Angelus, TSC-Bi: Cimento silicato tricálcico com óxido de bismuto, TSC-TC: Cimento silicato tricálcico com tungstato de cálcio.

### *Determinação da cor e luminosidade*

Para mensuração da cor e luminosidade dos espécimes foi utilizado o espectrofotômetro de reflectância VITA EasyShade Advance 4.0 (VITA Zahnfabrik, Bad Säckingen, Alemanha). Moldes de silicone de condensação (Figura 2), com duas aberturas de 2 mm de diâmetro, foram confeccionados individualmente para padronização da ponta do leitor EasyShade. Os valores de cores das amostras foram determinados nas superfícies vestibulares, antes (T0), imediatamente após a inserção (T1) e após 7 (T7), 15 (T15), 30 (T30), 60 (T60), 120 (T120), 180 (T180) dias da inserção dos materiais nas cavidades.



**Figura 2** – Dente bovino abaixo do molde de silicone de condensação

### *Análise espectrofotométrica*

Ao realizar a mensuração da alteração de cor ( $\Delta E$ ) posicionando a ponta do leitor perpendicular à superfície da amostra com auxílio de um dispositivo feito sob medida (Figura 3), o aparelho já fornece os dados de luminosidade. A mensuração foi realizada 3 vezes em uma sala fechada com luz artificial padronizada pelo mesmo operador, Antes da medição



seguindo as instruções do fabricante, calibrou-se o equipamento. As alterações cromáticas foram calculadas com base em valores de  $\Delta E$  obtidos pela fórmula proposta pela Comissão Internacional l'Éclairage (CIE):

$$\Delta E = [(\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2]^{1/2}.$$

Onde  $\Delta E$  representa o total da diferença de cor entre duas espécimes,  $\Delta L^*$  representa a mudança de luminosidade, que significa a quantidade de reflexão de luz de uma cor, podendo variar entre o branco absoluto ( $L = 100$ ) até o preto absoluto ( $L = 0$ ) numa sequência crescente de tons de cinza,  $\Delta a$  representa a mudança no parâmetro vermelho-verde e  $\Delta b$  representa a alteração no parâmetro amarelo-azul.



**Figura 3** - Espectrofotômetro VITA EasyShade Advance 4.0 posicionado no dispositivo para padronização da mensuração da alteração cromática.

### *Análise estatística*

As análises estatísticas foram realizadas no programa IBM SPSS Statistics versão 20 (IBM Corporation, Armonk, NY, EUA). Os dados de  $\Delta E$  (alteração de cor) e luminosidade foram tabulados e submetidos aos testes de normalidade (Shapiro-Wilk) e homogeneidade de variância (Levene), sendo divididos em amostras da coroa e amostras da raiz. Considerando que as pressuposições para a aplicabilidade de testes paramétricos foram aceitas, os dados de

cada artigo, nas condições coroa ou raiz, foram submetidos às Análises de Variância de medidas repetidas a dois critérios (2-way ANOVA; com os critérios *Material* e *Período da análise*), adotando-se nível de significância de 5,0 %. A partir da interpretação dos valores de *P* das análises de esfericidade de Mauchly, verificou-se, para todas as condições de análise, a necessidade de correção por Greenhouse-Geisser. Em todas as situações a interação *Material X Período da análise* apresentou efeito significativo ( $P < 0,05$ ), sendo aplicado o Post Hoc teste LSD (Least Significant Difference – Fisher), em nível de significância de 5,0%, para avaliar o efeito dessa interação por meio da comparação aos pares entre as diferentes condições experimentais.

## Resultados

Os dados relativos à  $\Delta E$  dos materiais experimentais mensurados nas coroas e raízes ao longo do tempo estão apresentados na Tabela 2. Na porção coronária TSC-Bi e TSC-TC em T1 apresentaram  $\Delta E$ s estatisticamente similares comparado a T180 ( $p \geq 0,05$ ). Os  $\Delta E$ s do CN, CP, MTAHP e MTA em T180 foram maiores que em T1 ( $p < 0,05$ ). Na porção radicular foi observado que MTA, TSC-Bi e TSC-TC em T1 apresentaram  $\Delta E$ s estatisticamente similares a T180 ( $p \geq 0,05$ ). Já os  $\Delta E$ s do CN, CP e MTAHP em T180 eram maiores que T1 ( $p < 0,05$ ).

Os valores de  $L^*$  (luminosidade) na coroa e raiz estão apresentados nas tabelas 3. Na porção coronária MTAHP, TSC-Bi e TSC-TC apresentaram valores médios de  $L^*$  similares a CN ( $p \geq 0,05$ ), MTA e CP apresentaram menores valores ( $p < 0,05$ ). Na porção radicular MTAHP, TSC-Bi e TSC-TC apresentaram valores médios de  $L^*$  similares a CN ( $p \geq 0,05$ ) e MTA e CP menores ( $p < 0,05$ ). Sendo CP a maior diminuição de T1 a T180 e menor valor médio de  $L^*$ . A medida que os valores médios de  $L^*$  tendem a diminuir, as amostras ficam mais próximo ao preto absoluto, ou seja mais escuras.

**Tabela 2-** Médias dos valores de  $\Delta E$  mensurados nas coroas e raízes dentárias para as diferentes condições experimentais

Material	Período de Análise						
	Coroa						
	T1	T7	T15	T30	T60	T120	T180
CN	2,89 Aab	2,30 Aa	3,65 ABabc	4,96 ABc	4,83 Abc	5,42 Ac	5,73 Ac
CP	4,92 ABCa	12,4 Cb	13,21 Db	13,63 Db	19,92 Dc	26,95 Cd	27,02 Dd
MTAHP	3,45 ABa	5,04 Bab	4,94 ABCab	9,30 Cc	9,87 Cc	6,79 ABb	10,88 Cc
MTA	3,33 ABa	5,17 Babc	4,96 ABCab	5,43 Bbc	6,11 ABbc	7,05 ABc	6,35 ABbc
TSC-Bi	5,52 BCbc	4,25 ABab	2,68 Aa	2,67 Aa	3,97 Aab	6,60 ABc	5,71 Abc
TSC-TC	6,02 Cab	4,26 ABa	6,17 BCb	6,76 Bb	9,78 Cc	5,11 Aab	6,31 ABab
Material	Raíz						
	T1	T7	T15	T30	T60	T120	T180
	CN	2,98 Aa	5,87 Aab	6,81 Ab	8,18 Ab	6,29 Aab	8,46 ABb
CP	9,70 BCa	20,48 Cb	22,50 Cb	26,96 Dc	34,77 Ed	40,11 Ee	45,80 Df
MTAHP	8,79 BCa	6,48 ABa	13,35 Bb	16,31 Ccd	18,50 CDd	15,45 Cbc	16,77 Bbcd
MTA	10,27 Cabc	8,20 ABab	8,83 Aa	12,62 ABCc	12,12 Bc	14,23 BCc	12,53 ABbc
TSC-Bi	5,74 ABa	7,68 ABab	10,15 ABb	10,24 Ab	10,58 ABb	9,13 ABab	9,22 Aab
TSC-TC	9,68 BCab	10,45 Bab	11,06 ABb	11,45 ABbc	14,83 BCc	6,90 Aa	7,87 Aab

CN: Controle negativo, CP: Controle positivo, MTAHP: MTA Repair HP, MTA: MTA Angelus, TSC-Bi: Cimento silicato tricálcico com óxido de bismuto, TSC-TC: Cimento silicato tricálcico com tungstato de cálcio.

\*Letras maiúsculas diferentes, no sentido vertical, e minúsculas diferentes, no sentido horizontal, indicam valores de média estatisticamente diferentes entre si ( $p < 0,05$ ).

**Tabela 3-** Médias dos valores de luminosidade mensurados nas coroas e raízes dentárias para as diferentes condições experimentais

Material	Período de Análise						
	Coroa						
	T1	T7	T15	T30	T60	T120	T180
CN	99,94 Aa	100 Aa	100 Aa	100 Aa	97,14 ABb	96,96 ABb	95,93 ABb
CP	99,87 Aa	87,78 Cc	87,00 Cc	87,48 Cc	81,17 Dd	72,59 Ce	72,25 De
MTAHP	99,34 ABa	98,69 Aa	99,95 Aa	99,65 Aa	99,21 Aa	99,34 Aa	98,71 Aa
MTA	97,38 Ca	95,59 Bb	95,68 Bb	97,05 Ba	93,50 Cc	96,46 Bab	91,49 Cd
TSC-Bi	99,90 Aa	99,97 Aa	99,75 Aa	99,96 Aa	99,70 Aa	96,17 Bb	96,49 ABb
TSC-TC	99,08 ABCab	97,39 ABcd	99,07 Aab	98,98 ABab	97,80 Abc	97,05 ABcd	95,68 ABd
Material	Raíz						
	T1	T7	T15	T30	T60	T120	T180
CN	88,84 ABab	88,73 BCab	86,24 ABb	88,46 Aab	91,15 Aa	89,47 Aab	87,90 Aab
CP	88,07 ABCa	76,96 Db	74,69 Cb	70,35 Bc	61,21 Dd	53,93 De	49,81 Cf
MTAHP	87,02 ABCc	90,92 Bab	85,42 ABc	86,82 Ac	83,86 BCc	87,21 ABbc	85,29 ABc
MTA	85,16 BCb	90,06 BCa	90,25 Aa	87,79 Aab	83,71 BCbc	81,57 BCc	80,41 Bc
TSC-Bi	91,53 Aa	88,37 BCb	91,50 Aab	88,35 Ab	88,55 ABab	90,38 Aab	89,19 Aab
TSC-TC	91,52 Ab	96,63 Aa	86,63 ABcd	88,33 Acd	85,20 ABCd	90,28 Abc	89,68 Abcd

CN: Controle negativo, CP: Controle positivo, MTAHP: MTA Repair HP, MTA: MTA Angelus, TSC-Bi: Cimento silicato tricálcico com óxido de bismuto, TSC-TC: Cimento silicato tricálcico com tungstato de cálcio.

\*Letras maiúsculas diferentes, no sentido vertical, e minúsculas diferentes, no sentido horizontal, indicam valores de média estatisticamente diferentes entre si ( $p < 0,05$ ).

## Discussão

Vita EasyShade Advance 4.0 (VITA Zahnfabrik, Bad Säckingen, Alemanha) foi utilizado no presente estudo por ser sensível a pequenas mudanças de cor, e promover avaliação objetiva (Ioannidis et al., 2013). MTA é relacionado ao escurecimento dental (Lenherr et al., 2012; Camilleri 2014; Kohli et al. 2015; Marciano et al., 2015). O óxido de bismuto foi considerado o principal componente responsável pelo escurecimento dental devido a interação com alguns fatores como luz visível e ultravioleta e ausência de oxigênio (Valles et al., 2013), contato com hipoclorito de sódio (Camilleri, 2014) e/ou matriz de colágeno (Marciano et al., 2014) promovendo uma oxidação do bismuto e provocando a formação de cristais de metais de bismuto ou um precipitado de coloração negra, escurecendo as estruturas dentárias. No atual estudo o  $\Delta E$  do MTA em T180 foi maior que T1, ou seja, houve variação de cor ao final na porção coronária, porém na porção radicular o  $\Delta E$  não apresentou diferença.

Neste estudo foi realizada análise da alteração de cor dos materiais em esmalte/dentina e dentina radicular, conhecer quais são as consequências do material em diferentes regiões é de grande importância devido a versatilidade dos materiais nas suas indicações. A diferença do  $\Delta E$  em relação a região avaliada pode estar relacionada com a transmissão da luz na presença do esmalte-dentina remanescente na coroa em relação a dentina radicular, visto que o espectrofotômetro mede a reflexão espectral da luz. Além disso uma possível penetração dos materiais na dentina, sendo refletido pela translucidez do esmalte também pode ter contribuído para tais resultados (Marciano et al., 2014). As diferentes espessuras remanescentes de esmalte/dentina coronária e dentina radicular definidas na metodologia também podem ter influenciado na mensuração da alteração. O óxido de bismuto não é inerte no processo de hidratação do MTA, sendo que a parte não reagida pode sofrer interações químicas (Camilleri, 2007). Ao avaliar os valores médios de  $L^*$

foram observado valores menores que CN, em ambas regiões, sugerindo escurecimento, mostrando o potencial de escurecimento observado para o MTA (Lenherr et al., 2012; Camilleri 2014; Kohli et al. 2015; Marciano et al., 2015).

Entretanto a associação do silicato tricálcico com óxido de bismuto (TSC-Bi) não promoveu escurecimento, visto que o  $\Delta E$  de T180 foi similar a T1 e os valores de luminosidade foram similares ao CN. Uma possível justificativa para tal resultado é que o presente estudo utilizou silicato tricálcico puro (TSC). O processo de fabricação do MTA e Cimento Portland podem apresentar contaminação com metais pesados (Achternbosch et al., 2003). Desta forma, o escurecimento pode ocorrer devido à presença de componentes não reagidos ou à corrosão dos mesmos e interação química com a dentina (Ahmed e Abbot, 2012). Formosa et al. (2012) avaliaram a superfície e microestrutura do Cimento Portland e do cimento de silicato tricálcico puro, ambos associados ou não ao óxido de bismuto, e observaram que o cimento de silicato tricálcico apresentou mínima quantidade de óxido de bismuto lixiviado, indicando ausência de segregação. Isso pode estar relacionado ao processo de hidratação do TSC. Camilleri (2011) comparando o Cimento Portland e TSC, observou que TSC produziu mais silicato de cálcio hidratado.

A associação do silicato tricálcico com tungstato de cálcio (TSC-TC) não promove o escurecimento, sugerindo ser uma associação esteticamente viável, uma vez que não há diferença entre o  $\Delta E$  em T1 e ao final de T180 e os valores médio de  $L^*$  são similares ao CN em ambas as regiões. Não há relatos na literatura que tenha investigado a capacidade de alteração cromática dessa associação. Entretanto a associação do cimento Portland com tungstato de cálcio promove em contato com colágeno da dentina um precipitado preto após reação química (Marciano et al., 2014).

O MTA Repair HP (MTAHP) é um cimento à base de silicato de tricálcico que apresenta tungstato de cálcio como agente radiopacificador. No atual estudo foi observado

uma variação de cor ( $\Delta E$ ) maior em T180 comparado ao T1 em ambas as regiões. O material em si ao longo do tempo pode ter influenciado a alteração cromática dental (Ahmed e Abbot, 2012; Kohli et al., 2015), ou uma possível desidratação dos espécimes durante os períodos que os espécimes eram removidos da estufa para a mensuração da alteração cromática e luminosidade. A análise dos dados de luminosidade mostra valores similares ao CN, sugerindo que não houve escurecimento.

Diversos estudos que avaliaram o escurecimento dental utilizaram como controle positivo a pasta triantibiótica, relatando o escurecimento dental (Lenherr et al., 2012; Kahler et al., 2014; Kohli et al., 2015). No presente estudo, CP mostrou  $\Delta E$  elevado e menor valor médio de  $L^*$  após 180 dias, confirmando o escurecimento ( $L=0$ ). Ao longo do tempo, pode ocorrer um escurecimento maior causado pela oxidação da tetraciclina (Cheek e Heymann, 1999; Sanchez et al., 2004).

O atual estudo apresenta informações significativas de materiais à base silicato tricálcico experimentais e recém lançados no mercado em relação à sua capacidade de promover o escurecimento dentário. A hipótese nula testada foi negada visto que houve escurecimento do MTA após 180 dias.

## **Conclusão**

O MTA Repair HP, cimento silicato tricálcico com óxido de bismuto e o com tungstato de cálcio não promoveram o escurecimento dental após 180 dias. MTA promove alteração cromática escura.

## Referências

- Achternbosch M, Bräutigam KR, Hartlieb N, Kupsch C, Richers U, Stemmermann P (2003) Heavy metals in cement and concrete resulting from the co-incineration of wastes in cement kilns with regard to the legitimacy of waste utilisation. *Karlsruhe: Umweltbundesamt*.
- Ahmed HM, Abbott PV (2012) Discolouration potential of endodontic procedures and materials: a review. *International Endodontic Journal* **45**, 883-97.
- Berger T, Baratz AZ, Gutmann JL (2014) In vitro investigations into the etiology of mineral trioxide tooth staining. *Journal of Conservative Dentistry* **17**, 526-30.
- Burki Z WS, Wilson R, Fenlon M (2012) A randomised controlled trial to investigate the effects of dehydration on tooth colour. *Journal of Dentistry* **41**, 250-7.
- Camilleri, J (2011) Characterization and hydration kinetics of Tricalcium silicate cement for use as a dental biomaterial. *Dental Material* **27**, 836-44.
- Camilleri J (2014) Color stability of white mineral trioxide aggregate in contact with hypochlorite solution. *Journal of Endodontics* **40**, 436-40.
- Camilleri J (2015) Staining Potential of Neo MTA Plus, MTA Plus, and Biodentine Used for Pulpotomy Procedures. *Journal of Endodontics* **41**, 1139-45.
- Cheek CC, Heymann HO (1999) Dental and oral discolorations associated with minocycline and other tetracycline analogs. *Journal of Esthetic Dentistry* **11**, 43-8
- Cintra LTA, Benetti F, de Azevedo Queiroz IO *et al.* (2017) Cytotoxicity, Biocompatibility, and Biomineralization of the New High-plasticity MTA Material. *Journal of Endodontics* **43**, 774-78.
- Formosa LM, Mallia B, Bull T, Camilleri J (2012) The microstructure and surface morphology of radiopaque tricalcium silicate cement exposed to different curing conditions. *Dental Materials* **28**, 584-95.



- Gomes Cornelio AL, Salles LP, Campos da Paz M, Cirelli JA, Guerreiro-Tanomaru JM, Tanomaru Filho M (2011) Cytotoxicity of Portland cement with different radiopacifying agents: a cell death study. *Journal of Endodontics* **37**, 203-10.
- Guerreiro-Tanomaru JM, Cornelio AL, Andolfatto C, Salles LP, Tanomaru-Filho M (2012) pH and Antimicrobial Activity of Portland Cement Associated with Different Radiopacifying Agents. *ISRN Dentistry* **2012**, 1-5.
- Hungaro Duarte MA, de Oliveira El Kadre GD, Vivian RR, Guerreiro Tanomaru JM, Tanomaru Filho M, de Moraes IG (2009) Radiopacity of portland cement associated with different radiopacifying agents. *Journal of Endodontics* **35**, 737-40.
- Hungaro Duarte MA, Minotti PG, Rodrigues CT *et al.* (2012) Effect of different radiopacifying agents on the physicochemical properties of white Portland cement and white mineral trioxide aggregate. *Journal of Endodontics* **38**, 394-7.
- Ioannidis K, Mistakidis I, Beltes P, Karagiannis V (2013) Spectrophotometric analysis of coronal discolouration induced by grey and white MTA. *International Endodontic Journal* **46**, 137-44.
- Kang SH, Shin YS, Lee HS *et al.* (2015) Color changes of teeth after treatment with various mineral trioxide aggregate-based materials: an ex vivo study. *Journal of Endodontics* **41**, 737-41.
- Kim ST, Abbott PV, McGinley P (2000) The effects of Ledermix paste on discolouration of immature teeth. *International Endodontic Journal* **33**, 233-7.
- Kohli MR, Yamaguchi M, Setzer FC, Karabucak B (2015) Spectrophotometric Analysis of Coronal Tooth Discoloration Induced by Various Bioceramic Cements and Other Endodontic Materials. *Journal of Endodontics* **41**, 1862-6.
- Lenherr P, Allgayer N, Weiger R, Filippi A, Attin T, Krastl G (2012) Tooth discoloration induced by endodontic materials: a laboratory study. *International Endodontic Journal* **45**, 942-9.
- Marciano MA, Estrela C, Mondelli RF, Ordinola-Zapata R, Duarte MA (2013) Analysis of the color alteration and radiopacity promoted by bismuth oxide in calcium silicate cement. *Brazilian Oral Research* **27**, 318-23.

- Marciano MA, Costa RM, Camilleri J, Mondelli RF, Guimaraes BM, Duarte MA (2014) Assessment of color stability of white mineral trioxide aggregate angelus and bismuth oxide in contact with tooth structure. *Journal of Endodontics* **40**, 1235-40.
- Marciano MA, Duarte MA, Camilleri J (2015) Dental discoloration caused by bismuth oxide in MTA in the presence of sodium hypochlorite. *Clinical Oral Investigations* **19**, 2201-9.
- Marconyak LJ, Jr., Kirkpatrick TC, Roberts HW *et al.* (2016) A Comparison of Coronal Tooth Discoloration Elicited by Various Endodontic Reparative Materials. *Journal of Endodontics* **42**, 470-73.
- Silva EJ, Carvalho NK, Zanon M *et al.* (2016) Push-out bond strength of MTA HP, a new high-plasticity calcium silicate-based cement. *Brazilian Oral Research* **30**,1-5.
- Tanomaru-Filho M, Andrade AS, Rodrigues EM *et al.* (2017) Biocompatibility and mineralized nodule formation of Neo MTA Plus and an experimental tricalcium silicate cement containing tantalum oxide. *International Endodontic Journal* **50**, 31-9.
- Tanomaru-Filho M, Morales V, da Silva GF *et al.* (2012) Compressive Strength and Setting Time of MTA and Portland Cement Associated with Different Radiopacifying Agents. *ISRN Dentistry* **2012**, 1-4.
- Tomas-Catala CJ, Collado-Gonzalez M, Garcia-Bernal D *et al.* (2017) Biocompatibility of New Pulp-capping Materials NeoMTA Plus, MTA Repair HP, and Biodentine on Human Dental Pulp Stem Cells. *Journal of Endodontics* **44**, 126-32.
- Trope M (2008) Regenerative potential of dental pulp. *Pediatric Dentistry* **30**, 206–10.
- Valles M, Mercade M, Duran-Sindreu F, Bourdelande JL, Roig M (2013) Influence of light and oxygen on the color stability of five calcium silicate-based materials. *Journal of Endodontics* **39**, 525-28.
- Wang C, Li Y, Wang X, Zhang L, Tiantang, Fu B (2012) The enamel microstructures of bovine mandibular incisors. *American Association of Anatomists* **295**, 1698-706.

### 3.2 Publicação 3\*

#### Estabilidade de cor de cimentos endodônticos à base de silicato de cálcio

##### Resumo

**Objetivo:** avaliar as alterações cromáticas dentárias induzidas por cimentos obturadores à base de silicato de cálcio.

**Materiais e métodos:** Cavidades na porção radicular e coronária de dentes bovinos seccionados foram preenchidas com os materiais (n=10): AH Plus (AHP), MTA Fillapex (MTAF), Total Fill BC Sealer (TF) e NeoMTA Plus (NMTAP), além do controle negativo (CN- sem material), controle positivo (CP-pasta triantibiótica). Depois de armazenados à 37°C com 100% de umidade, a cor foi avaliada, antes (T0) e após a inserção dos materiais (T1) e após 7 (T7) e 15 (T15), 30 (T30), 60 (T60), 120 (T120) e 180 (T180) dias usando o sistema de cores CIE L \* a \* b \*. Os dados foram submetidos à análise de variância de medidas repetidas a dois critérios e post hoc teste LSD-Fisher, ambos com nível de significância de 5%.

**Resultados:** Apenas NMTAP teve  $\Delta E$  (alteração de cor) estatisticamente similar em T180 comparado a T1 em ambas as regiões ( $p \geq 0,05$ ). Na porção coronária AHP, TF e NMTA produziram valores médios de L\* (luminosidade) similares ao CN ( $p \geq 0,05$ ); CP e MTAF apresentaram valores menores ( $p < 0,05$ ). Na porção radicular somente CP apresentou valores médios de L\* menores ( $p < 0,05$ ).

**Conclusão:** Os cimentos AH Plus, Total Fill e Neo MTA Plus não promoveram escurecimento dental, demonstrando não influenciar na cor dentária. MTA Fillapex promoveu escurecimento na porção coronária.

**Palavras-chave:** Cimentos. Materiais Endodônticos. Cor. Descoloração

---

\* Artigo nas normas do periódico *Journal of Endodontics*

## Introdução

AH Plus é um cimento endodôntico à base de resina epóxi (Dentsply, De Trey, Konstanz, Alemanha) considerado como “padrão ouro” para obturação de canais radiculares devido sua adequada propriedade seladora (1, 2), estabilidade dimensional (3), propriedade adesiva (4) e radiopacidade (5, 6). AH Plus já foi relacionado ao escurecimento dental (7), porém também é descrito que o material não promove alteração cromática (8).

Atualmente, o silicato de cálcio é utilizado como componente principal na formulação de cimentos endodônticos em função de suas propriedades biológicas (9-11). O cimento MTA Fillapex (Angelus, Londrina, PR, Brasil), é um cimento à base de MTA na qual seu agente radiopacificador óxido de bismuto foi substituído por tungstato de cálcio. Foi descrito que o MTA Fillapex promove escurecimento dental (12, 13), assim como é relatado que o material não promove alteração cromática (14, 15). Entretanto não há dados na literatura com relação à sua nova composição com tungstato de cálcio.

Outro cimento à base de silicato de cálcio é o Total Fill BC Sealer (FKG Dentaire SA, La Chaux-de-Fonds, Suíça, SWZ) que apresenta em sua composição silicato de cálcio, fosfato de cálcio monobásico, hidróxido de cálcio e óxido de zircônio, como agente radiopacificador. O Total Fill é um cimento que apresenta citocompatibilidade (16, 17), atividade antimicrobiana (18) e demonstrou não promover o escurecimento dental (19-21).

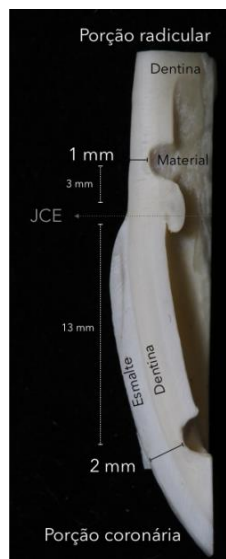
Neo MTA Plus (Avalon Biomed Inc., Bradenton, Flórida, EUA) é um cimento usado como reparador ou obturador, dependendo da sua proporção pó:gel. Apresenta óxido de tântalo como agente radiopacificador, pó de silicato tricálcico, silicato dicálcico, aluminato tricálcico, sulfato de cálcio, gesso e gel à base de água com agentes espessantes e polímeros solúveis em água. É biocompatível (22, 23) com radiopacidade satisfatória, tempo de presa adequada e bioativo(24). Neo MTA Plus como cimento reparador em contato com hipoclorito de sódio não mostrou escurecimento ao longo do tempo (25). Neo MTA Plus como cimento endodôntico não apresenta dados na literatura sobre seu potencial de alteração cromática.

A literatura carece de estudos que correlacionem o potencial de alteração cromática de novos cimentos endodônticos utilizados em obturações convencionais de canais radiculares. Portanto, o objetivo desse estudo foi avaliar as alterações cromáticas dentárias induzidas por cimentos obturadores à base de silicato de cálcio.

## Materiais e métodos

### *Preparo das amostras.*

Duzentos incisivos bovinos extraídos, hígidos, com completa formação radicular e sem calcificações pulpares foram seccionados 1 cm acima da junção cimento-esmalte (JCE) com auxílio da máquina de corte Isomet 1000 (BUEHLER Ltda., Lake Bluff, IL, EUA). Os espécimes foram seccionados longitudinalmente para obtenção de 2 hemi-secções, a vestibular e a palatina. Na face interna da hemi-secção vestibular foram realizadas duas cavidades, com 2 mm de diâmetro, uma porção radicular, 3 mm abaixo do JCE, e outra na porção coronária, 13 mm acima da JCE, utilizando broca 3100 (KG Sorensen -Medical Burs Indústria e Comercio de Produtos Abrasivos LTDA, Cotia, SP, Brasil) em alta rotação (Dabi Atlante Indústrias Médico Odontológicas Ltda., Ribeirão Preto, SP, Brasil). As espessuras remanescentes de 2 mm de esmalte/dentina e 1 mm de dentina radicular foram padronizadas (Figura 1).



**Figura 1-** Esquema das cavidades realizadas em nível coronário e radicular com remanescente esmalte/dentina padronizada em 2 mm e dentina radicular em 1 mm respectivamente.

As cavidades foram limpas com 2 mL de hipoclorito de sódio 2,5% durante 10 minutos e 2 mL de EDTA 17% durante 3 minutos para remoção da “smear layer” e 5 mL de água destilada para remover os resíduos químicos das soluções utilizadas na limpeza das cavidades e em seguida secas com papel absorvente. Os materiais foram proporcionados,

manipulados segundo as instruções dos fabricantes e inserido no interior das cavidades. Após o preenchimento das cavidades, os fragmentos foram reposicionados de forma a permanecerem justapostos com auxílio de um adesivo à base de resina epóxi (Araldite, Brascola, Joinville, SP, Brasil) e armazenados em estufa a 37° C com 100% de umidade, em recipientes com gazes umedecidas e removidos da estufas apenas para imediata mensuração de cor e luminosidade.

Os espécimes foram distribuídos em grupos (n=10) e nomeados em controle negativo, cavidades vazias sem nenhum material (CN), controle positivo (CP), cavidades preenchidas com pasta triantibiótica (26), AH Plus (AHP), MTA Fillapex (MTAF), Total Fill BC Sealer (TF) e NeoMTA Plus (NMTAP). A composição dos materiais está descrita na Tabela 1.

**Tabela 1-** Controle e materiais disponíveis comercialmente, composição e fabricante.

<b>Materiais (Siglas) e proporções</b>	<b>Composição</b>	<b>Fabricante</b>
CN	Cavidades vazias (sem material)	-
CP (1:1:1)	Pasta triantibiótica antibióticos: ciprofloxacina, minociclina e metronidazol; veículos: propilenoglicol; e macrogol-poli-etilenoglicol 400 e 4000)	Ciprofloxacina (Sandoz, Holzkirchen, Alemanha), Metronidazol (Sanofi-Aventis, Frankfurt Alemanha), Minociclina (Spirig, Pharma AG, Egerkingen, Suíça)
AHP (1:1)	Pasta A: resina epóxi; tungstênio de cálcio; óxido de zircônio; aerosil e óxido de ferro.  Pasta B: amina adamantana; N, N-Diberncil-5-oxanonano-diamina-1,9; TCD-Diamina; tungstato de cálcio; óxido de zircônio; aerosil e óleo de silicone.	Dentsply, De Trey, Konstanz, Alemanha
MTAF (1:1)	Pasta Base: Resina Salicilato, Resina Natural, Tungstato de Cálcio, Sílica Nanoparticulada, Pigmentos.  Pasta Catalisadora: Resina Diluente, Mineral Trióxido Agregado, Sílica Nanoparticulada, Pigmentos.	Angelus, Londrina, PR, Brasil
TF (Material pré manipulado)	Óxido de zircônia, silicato de cálcio, fosfato de cálcio monobásico, hidróxido de cálcio e	FKG Dentaire SA, La Chaux-de-Fonds, Suíça

agentes espessantes e  
preenchimento.

NMTAP (1:1)	Pó de silicato tricálcico, silicato dicálcico, óxido de tântalo, aluminato tricálcico, sulfato de cálcio e gesso. Líquido: gel à base de água com agentes espessantes e polímeros solúveis em água.	Avalon Biomed Inc., Bradenton, Flórida, EUA
----------------	--	---

CN: Controle negativo, CP: Controle positivo, AHP: AH Plus, MTAF: MTA Fillapex, TF: Total Fill BC Sealer, NMTAP: NeoMTA Plus

#### *Análise da alteração cromática e luminosidade*

A cor das amostras e luminosidade nas superfícies vestibulares foram determinadas através do aparelho VITA EasyShade Advance 4.0 (VITA Zahnfabrik, Bad Säckingen, Alemanha). Todas mensurações foram realizadas em ambiente com iluminação padronizada com o dispositivo previamente calibrado a cada mensuração, de acordo com as instruções fornecidas pelo fabricante. Para padronizar o local da leitura nas amostras foram confeccionados moldes de silicone de condensação individuais (Figura 2), com duas aberturas com 2 mm de diâmetro. O sensor do equipamento foi posicionado perpendicularmente a superfície dental com auxílio de um dispositivo feito sob medida para standardização do posicionamento do aparelho (Figura 3).



**Figura 2** – Dente bovino abaixo do molde de silicone de condensação

Cada leitura foi repetida 3 vezes e foram realizadas antes da inserção dos materiais (T0), imediatamente após a inserção (T1) e após 7 (T7), 15 (T15), 30 (T30), 60 (T60), 120 (T120), 180 (T180) dias da inserção dos materiais nas cavidades.



**Figura 3-** Espectrofotômetro VITA EasyShade Advance 4.0 posicionado no dispositivo para padronização da mensuração da alteração cromática.

#### *Mensuração da alteração de cor e luminosidade*

O aparelho Vita EasyShade durante a mensuração da alteração cromática, forneceu dados para avaliar a alteração e luminosidade dos espécimes em cada tempo de avaliação. A alteração de cor foi mensurada através dos valores de  $\Delta E$  obtido pela fórmula proposta pela Commission Internationale de l'Éclairage (CIE):

$$\Delta E = [(\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2]^{1/2}.$$

O CIE L\* a\* b\* é um sistema de cor subtrativo que representa a percepção do olho humano através de um sistema uniforme de três eixos. Onde  $\Delta E$  representa o total da diferença de cor entre duas espécimes. O eixo L\* representa a luminosidade (valor) da cor, quantidade de reflexão de luz de uma cor, podendo variar de preto a branco (0 a 100) numa sequência crescente de tons de cinza, os eixos a\* e b\* representam as variações cromáticas de verde/vermelho e azul/amarelo respectivamente. Os dados obtidos foram registrados em planilhas com auxílio do software MicrosoftExcel©.



### *Análise estatística*

As análises estatísticas foram realizadas no programa IBM SPSS Statistics versão 20 (IBM Corporation, Armonk, NY, EUA). Os dados de  $\Delta E$  (alteração de cor) e luminosidade foram tabulados e submetidos aos testes de normalidade (Shapiro-Wilk) e homogeneidade de variância (Levene), sendo divididos em amostras da coroa e amostras da raiz. Considerando que as pressuposições para a aplicabilidade de testes paramétricos foram aceitas, os dados de cada artigo, nas condições coroa ou raiz, foram submetidos às Análises de Variância de medidas repetidas a dois critérios (2-way ANOVA; com os critérios Material e Período da análise), adotando-se nível de significância de 5,0 %. A partir da interpretação dos valores de P das análises de esfericidade de Mauchly, verificou-se, para todas as condições de análise, a necessidade de correção por Greenhouse-Geisser. Em todas as situações a interação Material X Período da análise apresentou efeito significativo ( $p < 0,05$ ), sendo aplicado o Post Hoc teste LSD (Least Significant Difference – Fisher), em nível de significância de 5,0%, para avaliar o efeito dessa interação por meio da comparação aos pares entre as diferentes condições experimentais.

### **Resultados**

Os dados relativos à  $\Delta E$  dos materiais mensurados na coroa e raízes ao longo do tempo estão apresentados na Tabela 2. Apenas o NMTAP não teve um  $\Delta E$  estatisticamente diferente em T180 comparado a T1 em ambas as regiões ( $p \geq 0,05$ ).

Os valores de luminosidade ( $L^*$ ) na coroa e raiz estão apresentados nas Tabela 3 Na porção coronária AHP, TF e NMTAP tiveram valores de  $L^*$  similares ao CN ( $p \geq 0,05$ ). MTAF e CP apresentaram valores menores ( $p < 0,05$ ). Na porção radicular apenas CP teve um valor menor que CN ( $p < 0,05$ ). A medida que os valores médios de  $L^*$  tendem a diminuir, as amostras ficam mais próximo ao preto absoluto, ou seja mais escurecidas.

**Tabela 2-** Médias dos valores de  $\Delta E$  mensurados nas coroas e raízes dentárias para as diferentes condições experimentais

Material	Período de Análise						
	Coroa						
	T1	T7	T15	T30	T60	T120	T180
CN	2,89 Aab	2,30 Aa	3,65 Aabc	4,96 Abc	4,83 Aabc	5,42 Aabc	5,73 Ac
CP	4,92 BCa	12,41 Cb	13,21 Cb	13,63 Db	19,92 Dc	26,95 Dd	27,02 Cd
AHP	13,05 Dc	5,84 Ba	6,71 Ba	8,40 BCb	9,59 BCb	7,82 ABab	8,17 Aab
MTAF	5,48 Ca	12,05 Ccde	9,40 Bb	10,90 Cbc	12,61 Cd	14,99 Ce	14,36 Bde
TF	3,41 ABa	5,92 Babc	6,82 Bbc	6,63 ABb	8,45 Bc	15,43 Cd	8,77 Abc
NMTAP	4,70 ABCa	4,93 ABa	6,90 Ba	8,79 BCb	9,27 Bb	9,70 Bb	5,48 Aa
Material	Raíz						
	T1	T7	T15	T30	T60	T120	T180
	CN	2,98 Aa	5,87 Ab	6,81 Ab	8,18 Ab	6,29 Aab	8,46 Ab
CP	9,70 Ba	20,48 Db	22,50 Cb	26,96 Ec	34,77 Cd	40,11 De	45,80 Df
AHP	19,62 Db	16,09 Ca	19,75 BCb	20,28 CDb	20,20 Bb	12,70 ABa	13,44 ABa
MTAF	13,81 Ca	17,09 CDbc	18,39 BCcd	14,63 BCab	21,34 Bd	20,73 Ccd	19,35 Ccd
TF	6,84 Ba	9,45 ABab	17,74 Bde	11,60 ABbc	17,87 Bde	20,93 Ce	15,72 BCcd
NMTAP	15,06 Cb	11,68 Ba	18,13 BCcd	20,47 Dde	22,71 Be	18,26 BCbcd	15,12 BCabc

CN: Controle negativo, CP: Controle positivo, AHP: AH Plus, MTAF: MTA Fillapex, TF: Total Fill BC Sealer, NMTAP: NeoMTA Plus

\*Letras maiúsculas diferentes, no sentido vertical, e minúsculas diferentes, no sentido horizontal, indicam valores de média estatisticamente diferentes entre si ( $P < 0,05$ ).

**Tabela 3-** Médias dos valores de luminosidade mensurados nas coroas e raízes dentárias para as diferentes condições experimentais

Material	Período de Análise						
	Coroa						
	T1	T7	T15	T30	T60	T120	T180
CN	99,94 Aabc	99,95 Aa	100 Aab	99,97 Aa	98,16 Abcd	97,48 Acd	96,03 Ad
CP	99,87 ABa	88,49 Cb	88,13 Bb	87,48 Cb	81,26 Bc	72,59 Cd	72,25 Cd
AHP	98,30 ABa	96,05 ABcd	98,45 Aab	96,97 ABabc	96,74 Aabc	94,34 ABde	92,68 ABe
MTAF	97,57 ABa	96,26 ABa	96,68 Aab	94,27 Bc	94,55 Abc	90,62 Bd	90,02 Bd
TF	96,95 Ba	94,57 Bbc	96,68 Aa	95,34 ABab	95,16 Aab	92,71 ABc	92,24 ABc
NMTAP	99,94 Aabc	99,95 Aa	100 Aab	99,97 Aa	98,16 Abcd	97,48 Acd	96,03 Ad
Material	Raíz						
	T1	T7	T15	T30	T60	T120	T180
	CN	88,84 ABab	88,73 ABab	86,14 Ab	88,62 ABab	89,84 Aa	88,41 Aab
CP	88,07 Ba	75,08 Db	74,69 Cb	70,35 Cc	61,68 Dd	54,30 Ce	49,81 Df
AHP	90,58 ABb	86,25 BCcd	83,93 ABd	85,67 ABcd	87,05 ABbcd	88,85 Abc	90,04 Abc
MTAF	82,21 Cbc	80,49 CDbc	79,72 BCc	83,80 Bb	78,61 Cc	81,23 Bbc	81,46 Cbc
TF	93,67 Aa	93,04 Aa	82,48 ABbc	91,16 Aa	84,65 ABCb	79,11 Bc	84,11 BCb
NMTAP	88,21 Bcd	92,36 Ab	87,63 Ad	87,41 ABd	82,48 BCe	87,61 Ad	88,08 ABbcd

CN: Controle negativo, CP: Controle positivo, AHP: AH Plus, MTAF: MTA Fillapex, TF: Total Fill BC Sealer, NMTAP: NeoMTA Plus

\*Letras maiúsculas diferentes, no sentido vertical, e minúsculas diferentes, no sentido horizontal, indicam valores de média estatisticamente diferentes entre si ( $P < 0,05$ )

## Discussão

Vita EasyShade Advance 4.0 é usado para avaliação da alteração cromática pela sensibilidade a pequenas mudanças de cor, sendo um método reproduzível (14). O espectrofotômetro permite avaliação numérica de cores e padrões constantes (8, 27). O sistema CIE  $L^* a^* b^*$  é um arranjo internacional para padronização de cor reconhecido pela ISO (28).

Óxido de bismuto é um dos principais componentes responsáveis pelo escurecimento dentário seja por influência de luz visível e ultravioleta (29) ou oxidação em contato com hipoclorito de sódio (30) ou interação com alguns componentes como o colágeno da matriz da dentina (31). Novos cimentos são desenvolvidos ou reformulados utilizando radiopacificadores alternativos ao óxido de bismuto.

Total Fill BC Sealer (TF) é um cimento à base de silicato de cálcio com óxido de zircônio como agente radiopacificador. No presente estudo ao final de 6 meses seu  $\Delta E$  teve diferença do T1 em ambas as regiões. O material ao longo do tempo pode influenciar na alteração cromática do dente (32, 33). Porém, ao analisarmos os dados de luminosidade foram observados valores similares ao CN, sugerindo que não houve escurecimento. Na literatura há relatos que o Total Fill não promove escurecimento dental (21, 34), corroborando com os dados apresentados. A ausência do óxido de bismuto em sua composição pode contribuir para não ocorrência de alteração de cor. Durante o estudo os espécimes permaneceram em recipientes com gaze umedecida a 37°C com 100% de umidade e eram removidos durante a mensuração de cor e luminosidade, podendo ter sofrido uma desidratação nos intervalos desses períodos e conseqüentemente uma variação de cor ( $\Delta E$ ) que foi detectado pelo espectrofotômetro.

O óxido de zircônio e tungstato de cálcio são responsáveis pela radiopacidade do cimento AH Plus (AHP). O AH Plus é um cimento à base de resina epóxi que não promove o escurecimento dental (8, 35). Uma possível desidratação dos espécimes ou alteração do croma do material podem ter influenciado na alteração cromática após 180 dias, porém ao analisar os valores médios de  $L^*$  foi observado que o AHP apresentou valores similares ao CN, não sugerindo alteração cromática escura, corroborando com achados na literatura (8).

Além do AHP e do TF, o Neo MTA Plus (NMTAP) também obteve valores de  $L^*$  similares CN e não houve  $\Delta E$  diferente entre T180 e T1 em ambas as regiões. Sua composição apresenta óxido de tântalo como agente radiopacificador, pó de silicato tricálcico, silicato dicálcico, aluminato tricálcico, sulfato de cálcio, gesso e gel à base de água com

agentes espessantes e polímeros solúveis em água, não promovendo escurecimento dental (25). O NMTAP em contato com hipoclorito de sódio não promoveu alteração cromática escura, sendo um material esteticamente viável (25).

O MTA Fillapex (MTAF) recentemente teve sua formulação modificada, com a substituição do óxido de bismuto pelo tungstato de cálcio. Atualmente sua composição consiste em resina salicilato, resina natural, tungstato de cálcio, sílica nanoparticulada, pigmentos, resina diluente e MTA. Ao final das mensurações o MTAF apresentou um  $\Delta E$  estatisticamente maior que T1, ou seja, apresentando uma variação de cor. Na formulação antiga foi observado o escurecimento dental devido a presença do óxido de bismuto (12, 13). Ao analisarmos os dados de luminosidade foi observado que na porção coronária os valores médios de  $L^*$  foram menores que CN, sugerindo um escurecimento, porém na porção radicular esse valor foi similar ao CN. Essa diferença pode estar relacionada com a transmissão da luz na presença do esmalte-dentina remanescente na coroa em relação a dentina radicular na raiz, visto que o espectrofotômetro mede a reflexão espectral da luz, além de uma possível penetração dos materiais na dentina, sendo refletido pela translucidez do esmalte (31). As diferentes espessuras remanescentes de esmalte/dentina coronária e dentina radicular definidas na metodologia também podem ter influenciado na mensuração da alteração. Não há dados na literatura avaliando essa nova formulação, pode ter ocorrido uma nova interação entre seus componentes e estruturas dentárias promovendo a alteração cromática.

A pasta triantibiótica é utilizada em diversos estudos relacionados a alteração de cor, pois promove o escurecimento dental (8, 34), concordando com os dados do presente estudo, no qual CP apresentou um  $\Delta E$  elevado em T180. Os valores de  $\Delta E$  e  $L^*$  em T1 e T180, mostram que houve uma progressiva alteração de cor ao longo do tempo. Esse escurecimento progressivo é devido a um produto da oxidação da tetraciclina (36, 37).

Neste estudo foi realizado análise dos materiais em diferentes regiões, esmalte/dentina e dentina radicular. Essa diferença de avaliação é essencial para podermos conhecer quais são as consequências do material em diferentes regiões. No mercado os materiais possuem diversas finalidades, conhecer como o material irá se comportar em determinada área nos permite ter mais domínio quanto a sua indicação.

## Conclusão

Os cimentos AH Plus, Total Fill BC Sealer e Neo MTA Plus não promoveram escurecimento dental, demonstrando serem materiais obturadores que não irão influenciar na cor dentária. MTA Fillapex promoveu escurecimento na porção coronária.

## Referências

1. De Moor RJ, De Bruyne MA. The long-term sealing ability of AH 26 and AH plus used with three gutta-percha obturation techniques. *Quintessence Int.* 2004;35(4):326-31.
2. Siqueira JF, Jr., Rocas IN, Valois CR. Apical sealing ability of five endodontic sealers. *Aust Endod J.* 2001;27(1):33-5.
3. McMichen FR, Pearson G, Rahbaran S, Gulabivala K. A comparative study of selected physical properties of five root-canal sealers. *Int Endod J.* 2003;36(9):629-35.
4. Saleh IM, Ruyter IE, Haapasalo M, Orstavik D. The effects of dentine pretreatment on the adhesion of root-canal sealers. *Int Endod J.* 2002;35(10):859-66.
5. Tanomaru-Filho M, Jorge EG, Guerreiro Tanomaru JM, Goncalves M. Radiopacity evaluation of new root canal filling materials by digitalization of images. *J Endod.* 2007;33(3):249-51.
6. Gorduysus M, Avcu N. Evaluation of the radiopacity of different root canal sealers. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod.* 2009;108(3):e135-40.
7. El Sayed MA, Etemadi H. Coronal discoloration effect of three endodontic sealers: An in vitro spectrophotometric analysis. *J Conserv Dent.* 2013;16(4):347-51.
8. Lenherr P, Allgayer N, Weiger R, Filippi A, Attin T, Krastl G. Tooth discoloration induced by endodontic materials: a laboratory study. *Int Endod J.* 2012;45(10):942-9.
9. Huan Z, Chang J. Study on physicochemical properties and in vitro bioactivity of tricalcium silicate-calcium carbonate composite bone cement. *J Mater Sci Mater Med.* 2008;19(8):2913-8.

10. Wang X, Sun H, Chang J. Characterization of Ca<sub>3</sub>SiO<sub>5</sub>/CaCl<sub>2</sub> composite cement for dental application. *Dent Mater.* 2008;24(1):74-82.
11. Zhao W, Wang J, Zhai W, Wang Z, Chang J. The self-setting properties and in vitro bioactivity of tricalcium silicate. *Biomaterials.* 2005;26(31):6113-21.
12. Gurel MA, Kivanc BH, Ekici A, Alacam T. Evaluation of crown discoloration induced by endodontic sealers and colour change ratio determination after bleaching. *Aust Endod J.* 2016;42(3):119-23.
13. Suci I, Ionescu E, Dimitriu BA, Bartok RI, Moldoveanu GF, Gheorghiu IM, et al. An optical investigation of dentinal discoloration due to commonly endodontic sealers, using the transmitted light polarizing microscopy and spectrophotometry. *Rom J Morphol Embryol.* 2016;57(1):153-9.
14. Ioannidis K, Mistakidis I, Beltes P, Karagiannis V. Spectrophotometric analysis of coronal discolouration induced by grey and white MTA. *Int Endod J.* 2013;46(2):137-44.
15. Marciano M, Guimarães BM, Amoroso PA, del Carpio Perochena A, Bramante CM, Duarte MAH. Alteração de cor de quatros cimentos obturadores. *Full Dent Sci.* 2013;5(11):221-5.
16. Poggio C, Riva P, Chiesa M, Colombo M, Pietrocola G. Comparative cytotoxicity evaluation of eight root canal sealers. *J Clin Exp Dent.* 2017;9(4):e574-e8.
17. Rodriguez-Lozano FJ, Garcia-Bernal D, Onate-Sanchez RE, Ortolani-Seltenerich PS, Forner L, Moraleda JM. Evaluation of cytocompatibility of calcium silicate-based endodontic sealers and their effects on the biological responses of mesenchymal dental stem cells. *Int Endod J.* 2017;50(1):67-76.
18. Poggio C, Trovati F, Ceci M, Colombo M, Pietrocola G. Antibacterial activity of different root canal sealers against *Enterococcus faecalis*. *J Clin Exp Dent.* 2017;9(6):e743-e8.
19. Alsubait S, Al-Haidar S, Al-Sharyan N. A Comparison of the Discoloration Potential for EndoSequence Bioceramic Root Repair Material Fast Set Putty and ProRoot MTA in Human Teeth: An In Vitro Study. *J Esthet Restor Dent.* 2017;29(1):59-67.

20. Marconyak LJ, Jr., Kirkpatrick TC, Roberts HW, Roberts MD, Aparicio A, Himel VT, et al. A Comparison of Coronal Tooth Discoloration Elicited by Various Endodontic Reparative Materials. *J Endod.* 2016;42(3):470-3.
21. Shokouhinejad N, Nekoofar MH, Pirmoazen S, Shamshiri AR, Dummer PM. Evaluation and Comparison of Occurrence of Tooth Discoloration after the Application of Various Calcium Silicate-based Cements: An Ex Vivo Study. *J Endod.* 2016;42(1):140-4.
22. Tanomaru-Filho M, Andrade AS, Rodrigues EM, Viola KS, Faria G, Camilleri J, et al. Biocompatibility and mineralized nodule formation of Neo MTA Plus and an experimental tricalcium silicate cement containing tantalum oxide. *Int Endod J.* 2017.
23. Tomas-Catala CJ, Collado-Gonzalez M, Garcia-Bernal D, Onate-Sanchez RE, Forner L, Llana C, et al. Biocompatibility of New Pulp-capping Materials NeoMTA Plus, MTA Repair HP, and Biodentine on Human Dental Pulp Stem Cells. *J Endod.* 2017.
24. Siboni F, Taddei P, Prati C, Gandolfi MG. Properties of NeoMTA Plus and MTA Plus cements for endodontics. *Int Endod J.* 2017.
25. Camilleri J. Staining Potential of Neo MTA Plus, MTA Plus, and Biodentine Used for Pulpotomy Procedures. *J Endod.* 2015;41(7):1139-45.
26. Trope M. Regenerative potential of dental pulp. *Pediatr Dent;* 2008; 30 (3): 206-10.
27. Beatty H, Svec T. Quantifying Coronal Tooth Discoloration Caused by Biodentine and EndoSequence Root Repair Material. *J Endod.* 2015;41(12):2036-9.
28. Khokhar ZA, Razzoog ME, Yaman P. Color stability of restorative resins. *Quintessence Int.* 1991;22(9):733-7.
29. Valles M, Mercade M, Duran-Sindreu F, Bourdelande JL, Roig M. Influence of light and oxygen on the color stability of five calcium silicate-based materials. *J Endod.* 2013;39(4):525-8.
30. Camilleri J. Color stability of white mineral trioxide aggregate in contact with hypochlorite solution. *J Endod.* 2014;40(3):436-40.



31. Marciano MA, Costa RM, Camilleri J, Mondelli RF, Guimaraes BM, Duarte MA. Assessment of color stability of white mineral trioxide aggregate angelus and bismuth oxide in contact with tooth structure. *J Endod.* 2014;40(8):1235-40.
32. Ahmed HM, Abbott PV. Discolouration potential of endodontic procedures and materials: a review. *Int Endod J.* 2012; 45(10): 883-97.
33. Burki Z WS, Wilson R, Fenlon M. A randomised controlled trial to investigate the effects of dehydration on tooth colour. *J Dent.* 2012;41(3):250-7.
34. Kohli MR, Yamaguchi M, Setzer FC, Karabucak B. Spectrophotometric Analysis of Coronal Tooth Discoloration Induced by Various Bioceramic Cements and Other Endodontic Materials. *J Endod.* 2015;41(11):1862-6.
35. Kim ST, Abbott PV, McGinley P. The effects of Ledermix paste on discolouration of immature teeth. *Int Endod J.* 2000; 33(3):233-7.
36. Cheek CC, Heymann HO. Dental and oral discolorations associated with minocycline and other tetracycline analogs. *J Esthet Dent.* 1999; 11(1): 43–8.
37. Sanchez AR, Rogers RS 3rd, Sheridan PJ. Tetracycline and other tetracycline derivative staining of the teeth and oral cavity. *Int J Dermatol.* 2004; 43(10): 709–15.

## 4 DISCUSSÃO

O MTA é composto por cimento Portland e óxido de bismuto. Valores médio de L\* (luminosidade) indicaram um escurecimento dos espécimes do MTA após 180 dias. A interação de alguns fatores como luz visível e ultravioleta<sup>85</sup>, contato com hipoclorito de sódio<sup>16,88</sup> e/ou matriz de colágeno<sup>63</sup> com o óxido de bismuto promovem a formação de cristais de metais de bismuto escurecido. Embora haja esta associação do óxido de bismuto ao processo de escurecimento dental<sup>7,16,63</sup>, o presente estudo mostrou que a associação silicato tricálcico com óxido de bismuto não promoveu a alteração cromática escura. Uma possível justificativa para tal resultado é o uso do silicato tricálcico puro. Durante o processo de fabricação, MTA e Cimento Portland podem apresentar contaminação com metais pesados<sup>1</sup>. Desta forma, o escurecimento pode ocorrer devido à presença de componentes não reagidos ou à corrosão dos mesmos ao interagirem quimicamente com a dentina<sup>2</sup>. Além disso, na composição do MTA cinza, a presença de metais como trióxido de alumínio, magnésio e ferro podem formar a aluminoferrita, responsável pelo seu escurecimento<sup>27</sup>.

Formosa et al.<sup>35</sup> avaliaram a superfície e microestrutura do Cimento Portland e do cimento de silicato tricálcico puro, ambos associados ou não ao óxido de bismuto. Os autores observaram que o cimento de silicato tricálcico apresentou maior bioatividade e que a quantidade de óxido de bismuto lixiviado em solução foi mínima, não sendo observada uma aglomeração significativa deste radiopacificador, indicando ausência de segregação. Isso pode ser relacionado ao processo de hidratação do silicato tricálcico, visto que ao comparar o Cimento Portland ao cimento silicato tricálcico, Camilleri<sup>15</sup> observou que ambos os cimentos produziram hidróxido de cálcio, sendo que o cimento silicato tricálcico produziu mais silicato de cálcio hidratado. Quanto ao processo de hidratação do MTA, o óxido de bismuto não é inerte neste processo, sendo que uma parte se encontra na estrutura de hidrato de cálcio (C-H-S), produto resultante da hidratação, e a outra parte não sofre reação pode apresentar interações químicas<sup>14</sup>. Nossos resultados corroboram com o estudo de Marciano et al.<sup>64</sup> que observaram que a adição de uma maior proporção de óxido de bismuto ao cimento de silicato de cálcio não resultou em aumento do escurecimento dental.

Diversas indústrias têm desenvolvido materiais com a substituição do óxido de bismuto, visando menor escurecimento dental<sup>20,47,66,85</sup>. O óxido de zircônio é um agente radiopacificador inerte. A reação de hidratação do silicato tricálcico com óxido de zircônio é completa, produzindo hidrato de silicato de cálcio e hidróxido de cálcio. Sendo menos

passível que os componentes presentes promovam alguma interação influenciando na cor dentária.

Óxido de nióbio quando associado ao cimento silicato tricálcico também não promoveu a alteração cromática escura e sim um clareamento, segundo os dados médio de luminosidade. Não há dados na literatura relacionado a alteração cromática promovido pelo óxido de nióbio, assim o mecanismo que possa ter levado esse clareamento ainda é indefinido. Ainda são necessários estudos adicionais para verificar a interação desse radiopacificador com os materiais utilizados rotineiramente no tratamento endodôntico.

A associação silicato tricálcico com tungstato de cálcio é esteticamente viável, uma vez que não promove o escurecimento dental. Foi relatado que o cimento Portland com tungstato de cálcio demonstrou que em contato com colágeno da dentina ou metacrilato não promoveu alteração de cor e não produziu um precipitado preto após reação química. Se ocorrer alguma interação com dentina, isso não leva à descoloração dentária<sup>63</sup>.

Biodentine é um cimento com à base de silicato tricálcico com óxido de zircônio, além de outros componentes em sua composição. O biodentine apresenta hidratação mais rápida que cimento silicato tricálcico com óxido de zircônio e uma microestrutura mais densa<sup>18</sup>, sendo menos propício a interação dos componentes e consequentemente uma possível influência na cor. Na literatura há diversos estudos relatando sua viabilidade estética por não promover o escurecimento dental<sup>17,54,57</sup>, corroborando com os achados no presente estudo.

MTA Repair HP é um cimento reparador desenvolvido pela Angelus Soluções Odontológicas para substituir o MTA. Apresenta em sua composição silicato tricálcico, silicato dicálcico, aluminato tricálcico, óxido de cálcio, água, plastificante e tungstato de cálcio como agente radiopacificador. Portanto, assim como cimento silicato tricálcico com tungstato de cálcio, o MTA Repair HP não promoveu uma alteração cromática escurecida, sendo uma alternativa estética ao MTA, visto que apresenta propriedades físico-químicas, biológicas e indicações similares ao MTA<sup>24,81</sup>. Não há relatos na literatura que tenham investigado a capacidade de escurecimento deste material. Estudos avaliando os componentes químicos e suas possíveis reações e a influência de materiais endodônticos utilizados rotineiramente são essenciais para entendermos o mecanismo envolvendo a alteração cromática.

Além dos cimentos reparadores, pouco são os estudos relacionados à investigação dos efeitos de alterações cromáticas induzidas por cimentos endodônticos convencionais. Apesar do AH Plus não ser um cimento à base de silicato de cálcio, é um dos cimentos obturadores

mais utilizados devido à bicompatibilidade, estabilidade dimensional, radiopacidade. O AH plus (Dentsply, De Trey, Konstanz, Alemanha) é um cimento endodôntico à base de resina epóxi com óxido de zircônio e tungstato de cálcio como agentes radiopacificadores. Na literatura a maioria dos estudos não relacionam o AH Plus com o escurecimento dental<sup>57,62</sup>. No atual estudo não foi observado um escurecimento das estruturas dentárias, corroborando com os achados da literatura.

O Total Fill BC Sealer é um cimento obturador à base de silicato de cálcio fosfato de cálcio monobásico, hidróxido de cálcio e agentes espessantes e de preenchimento com óxido de zircônio como agente radiopacificador. Assim como cimento silicato tricálcico com óxido de zircônio, Total Fill BC Sealer não apresentou um escurecimento ao final de 180 dias, sugerindo ser um material obturador que não influencia na coloração dentária.

O MTA Fillapex é um cimento obturador que apresenta modificação na formulação com a substituição do óxido de bismuto para tungstato de cálcio. Atualmente sua composição consiste em resina salicilato, resina natural, tungstato de cálcio, sílica nanoparticulada, pigmentos, resina diluente e MTA. Ao final das mensurações o MTA Fillapex teve um escurecimento na porção coronária. Não há dado na literatura sobre o escurecimento dental com essa nova formulação. Na antiga formulação foi observado escurecimento dental, sendo o óxido de bismuto indicado como responsável<sup>35,43,65</sup>. Uma das hipóteses seria interação entre seus componentes e/ou estruturas dentárias promovendo o escurecimento das estruturas dentárias. Por ser um material pouco estudado são necessários mais estudos para analisar os componentes e as reações químicas que ocorrem para entender o mecanismo da alteração cromática

Segundo o fabricante, NeoMTA Plus foi desenvolvido para não promover o escurecimento ao longo do tempo. Em contato com hipoclorito de sódio, não promoveu alteração cromática escura<sup>17</sup>. Ao final do estudo o NeoMTA Plus demonstrou ser um material obturador que não promove a alteração cromática ao longo de 180 dias. Sua composição consiste em óxido de tântalo como agente radiopacificador, pó de silicato tricálcico, silicato dicálcico, aluminato tricálcico, sulfato de cálcio, gesso e gel à base de água com agentes espessantes e polímeros solúveis em água. A ausência do óxido de bismuto pode ser uma das hipóteses para o não escurecimento.

Novos materiais reparadores e obturadores devem ser desenvolvidos com propriedades físicas, químicas e biológicas adequadas, além de não promover o comprometimento da estética. Desta forma, novos materiais devem ser desenvolvidos com base em estudos

científicos que estabeleçam a relação de seus componentes e a possibilidade de promoção de alteração cromática.

## 5 CONCLUSÕES

De acordo com o presente estudo, pode-se concluir que:

- 1- Cimentos experimentais compostos pela associação do silicato tricálcico com óxido de bismuto ( $\text{Bi}_2\text{O}_3$ ), óxido de zircônia ( $\text{ZrO}_2$ ), óxido de nióbio ( $\text{Nb}_2\text{O}_5$ ) e tungstato de cálcio ( $\text{Ca}_2\text{WO}_4$ ) são esteticamente viáveis, pois não promovem escurecimento dental.
- 2- Biodentine e MTA Repair HP não promoveram o escurecimento dental, sendo uma alternativa ao MTA.
- 3- O cimento reparador MTA promoveu escurecimento dental.
- 4- Os cimentos obturadores AH Plus, Total Fill BC Sealer e NeoMTA Plus são opções de materiais estéticos que não provocam escurecimento dental.
- 5- MTA Fillapex, contendo tungstato de cálcio, promoveu escurecimento dental na porção coronária.

## REFERÊNCIAS\*

1. Achternbosch M, Bräutigam KR, Hartlieb N, Kupsch C, Richers U, Stemmermann P. Heavy metals in cement and concrete resulting from the co-incineration of wastes in cement kilns with regard to the legitimacy of waste utilisation. Karlsruhe: Umweltbundesamt; 2003.
2. Ahmed HM, Abbott PV. Discolouration potential of endodontic procedures and materials: a review. *Int Endod J.* 2012; 45(10): 883-97.
3. Asgary S, Parirokh M, Eghbal MJ, Brink F. Chemical differences between White and Gray Mineral Trioxide Aggregate. *J Endod.* 2005; 31(2): 101-3.
4. Beatty H, Svec T. Quantifying coronal tooth discoloration caused by Biodentine and EndoSequence Root Repair Material. *J Endod.* 2015; 41(12): 2036-9.
5. Belío-Reyes IA, Bucio L, Cruz-Chavez E. Phase composition of ProRoot Mineral Trioxide Aggregate by X-ray powder diffraction. *J Endod.* 2009; 35(6): 875-8
6. Belobrov I, Parashos P. Treatment of tooth discoloration after the use of white mineral trioxide aggregate. *J Endod.* 2011; 37(7): 1017-20.
7. Berger T, Baratz AZ, Gutmann JL. In vitro investigations into the etiology of mineral trioxide tooth staining. 2014; 17(6): 526-30.
8. Biodentine. Scientific file. Active Biosilicate Technology™. Saint-Maur-des-Fosses Cedex. Septodont R&D Department, France; 2010
9. Bortoluzzi EA, Araújo GS, Tanomaru J. Marginal gingiva discoloration by gray MTA: a case report. *J Endod.* 2007; 33(3): 323-7.
10. Bortoluzzi EA, Guerreiro-Tanomaru JM. 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.
11. Bosso-Martelo R, Guerreiro-Tanomaru J, Viapiana R, Berbert F, Bernardi M, Tanomaru-Filho M. Calcium silicate-based cements associated with micro- and nanoparticle radiopacifiers: physicochemical properties and bioactivity. *Int Sch Res Notices.* 2015; 2015: 1-7.
12. 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.

---

\* De acordo com o Guia de Trabalhos Acadêmicos da FOAr, adaptado das Normas Vancouver. Disponível no site da biblioteca: <http://www.foar.unesp.br/Home/Biblioteca/guia-de-normalizacao-atualizado.pdf>.

13. Burgt VT der, Mullaney TP. Tooth discoloration induced by endodontic sealers. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod.* 1986; 61(1): 84-9.
14. Camilleri J. Characterization of hydration products of mineral trioxide aggregate. *Int Endod J.* 2008; 41(5): 408–17.
15. Camilleri J. Characterization and hydration kinetics of tricalcium silicate cement for use as a dental biomaterial. *Dent Mater.* 2011; 27(8): 836–44.
16. Camilleri J. Color stability of white mineral trioxide aggregate in contact with hypochlorite solution. *J Endod.* 2014; 40(3): 436–40.
17. Camilleri J. Staining potential of Neo MTA Plus, MTA Plus, and Biodentine used for pulpotomy procedures. *J Endod.* 2015; 41(7): 1139–45.
18. 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.
19. 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.
20. Camilleri J, Gandolfi MG. Evaluation of the radiopacity of calcium silicate cements containing different radiopacifiers. *Int Endod J.* 2010; 43(1): 21-30.
21. Chang S-WW, Lee S-YY, Kang S-KK, Kum K-YY, Kim E-CC. In vitro biocompatibility, inflammatory response, and osteogenic potential of 4 root canal sealers: Sealapex, Sankin Apatite Root Sealer, MTA Fillapex, and iRoot SP Root Canal Sealer. *J Endod.* 2014; 40(10): 1642–8.
22. Chen CC, Ho CC, Chen C, Ding SJ. Physicochemical properties of calcium silicate cements for endodontic treatment. *J Endod.* 2009; 35(9): 288-91.
23. Cintra LTA, Benetti F, de Azevedo Queiroz IO, de Araújo Lopes JM, Penha de Oliveira SH, Sivieri Araújo G, et al. Cytotoxicity, biocompatibility, and biomineralization of the new high-plasticity material. *J Endod.* 2017; 43(5): 774-8.
24. 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.
25. 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.
26. Davis MC, Walton RE, Rivera EM. Sealer distribution in coronal dentin. *J Endod.* 2002; 28(6): 464–6.



27. Darvell BW, Wu RC. "MTA" a hydraulic silicate cement: review update and setting reaction. *Dent Mater.* 2011; 27(5): 407-2.
28. De Moor RJ, De Bruyne MA. The long-term sealing ability of AH 26 and AH plus used with three gutta-percha obturation techniques. *Quintessence Int.* 2004; 35(4): 326-31.
29. Denry IL, Holloway JA, Nakkula RJ, Walters JD. Effect of niobium content on the microstructure and thermal properties of fluorapatite glass-ceramics. *J Biomed Mater Res Part B Appl Biomaterials.* 2005; 75B (1): 18-24.
30. Duarte M, Kadre G, Vivian R, Tanomaru J, Filho M, Moraes I. Radiopacity of Portland Cement associated with different radiopacifying agents. *J Endodont.* 2009; 35(5): 737-40.
31. Dugas NN, Lawrence HP, Teplitsky P, Friedman S. Quality of life and satisfaction outcomes of endodontic treatment. *J Endod.* 2002; 28(12): 819-27.
32. Eghbal MJ, Torabzadeh H, Bagheban AA, Shamszadeh S, Marvasti LA, Asgary S. Color stability of mineral trioxide aggregate and calcium enriched mixture cement. *J Investig Clin Dent.* 2015; 2015(0): 1-6.
33. El Sayed MAA, Etemadi H. Coronal discoloration effect of three endodontic sealers: an in vitro spectrophotometric analysis. *J Conserv Dent.* 2013; 16(4): 347-51.
34. Felman D, Parashos P. Coronal tooth discoloration and white mineral trioxide aggregate. *J Endod.* 2013; 39(4): 484-7.
35. Forghani M, Gharechahi M, Karimpour S. In vitro evaluation of tooth discoloration induced by mineral trioxide aggregate Fillapex and iRoot SP endodontic sealers. *Aust Endod J.* 2016; 42(3): 99-103.
36. Formosa LM, Mallia B, Bull T, Camilleri J. The microstructure and surface morphology of radiopaque tricalcium silicate cement exposed to different curing conditions. *Dent Mater.* 2012, 28(5): 584-95.
37. Gillani R, Ercan B, Qiao A, Webster TJ. Nanofunctionalized zirconia and barium sulfate particles as bone cement additives. *Int J Nanomedicine.* 2009; 2010(5): 1-11.
38. Godley R, Starosvetsky D, Gotman I. Bonelike apatite formation on niobium metal treated in aqueous NaOH. *J Mater Sci Mater Med.* 2004; 15(10): 1073-7.
39. Gomes Cornélio 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.
40. Gorduysus M, Avcu N. Evaluation of the radiopacity of different root canal sealers. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod.* 2009; 108 (3), e135-40.
41. Grech L, Mallia B, Camilleri J. Characterization of set intermediate restorative material, Biodentine, Bioaggregate and a prototype calcium silicate cement for use as root-end filling materials. *Int Endod J.* 2013a: 46(7): 632-41.

42. Grech L, Mallia B, Camilleri J. Investigation of the physical properties of tricalcium silicate cement-based root-end filling materials. *Dent Mater.* 2013b; 29(2): e20–8.
43. Gurel MA, Kivanc BH, Ekici A, Alacam T. Evaluation of crown discoloration induced by endodontic sealers and colour change ratio determination after bleaching. *Aust Endod J.* 2016; 42(3): 119-23.
44. Guerreiro-Tanomaru J, Cornélio A, Andolfatto C, Salles L, Tanomaru-Filho M. pH and antimicrobial activity of Portland cement associated with different radiopacifying agents. *Isrn Dent.* 2012; 2012: 1–5.
45. Huan Z, Chang J. Study on physicochemical properties and in vitro bioactivity of tricalcium silicate–calcium carbonate composite bone cement. *J Mater Sci Mater Med.* 2008; 19(8): 2913-8.
46. Húngaro 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.
47. Húngaro Duarte MA, de Oliveira El Kadre GD, Vivian RR, Guerreiro Tanomaru, JM, Tanomaru Filho M, de Moraes IG. Radiopacity of Portland cement associated with different Radiopacifying agents. *J Endod.* 2009; 35(5): 737-40.
48. Ioannidis K, Mistakidis I, Beltes P, Karagiannis V. Spectrophotometric analysis of crown discoloration induced by MTA- and ZnOE-based sealers. *J Appl Oral Sci.* 2013; 21(2): 138-44.
49. Jefferies, S. Bioactive and biomimetic restorative materials: a comprehensive review. part I *J Esthet Restor Dent.* 2014; 26(1): 14–26.
50. Kahler B, Mistry S, Moule A, Ringsmuth AK, Case P, Thomson A, et al. Revascularization outcomes: a prospective analysis of 16 consecutive cases. *J Endod.* 2014; 40(3): 333-8.
51. Kang S.-HH, Shin Y-SS, Lee H.-SS, Kim S-OO, Shin Y, Jung I-YY, Song J S. Color changes of teeth after treatment with various mineral trioxide aggregate-based materials: an ex vivo study. *J Endod.* 2015; 41(5): 737–41.
52. Karlinsey RL, Yi K, Duhn CW. Nucleation and growth of apatite by a self-assembled polycrystalline bioceramic. *Bioinspir Biomim.* 2006; 1(12): 12–9.
53. Kaup M, Schäfer E, Dammaschke T. An in vitro study of different material properties of Biodentine compared to ProRoot MTA. *Head Face Med.* 2015; 11(16): 2-8.
54. Keskin C, Demiryurek E O, Ozyurek T. Color stabilities of calcium silicate-based materials in contact with different irrigation solutions. *J Endod.* 2015; 41(3): 409–11.
55. Kim ST, Abbott PV, McGinley P. The effects of Ledermix paste on discolouration of immature teeth. *Int Endod J.* 2000; 33(3): 233-7.

56. Khokhar ZA, Razzoog ME, Yaman P. Color stability of restorative resins. *Quintessence Int.* 1991; 22(9): 733-7
57. Kohli MR, Yamaguchi M, Setzer FC, Karabucak B. Spectrophotometric analysis of coronal tooth discoloration induced by various bioceramic cements and other endodontic materials. *J Endod.* 2015; 41(11): 1862–6.
58. Koubi G, Colon P, Franquin JC, Hartmann A, Richard G, Faure MO, Lambert G. Clinical evaluation of the performance and safety of a new dentine substitute, Biodentine, in the restoration of posterior teeth — a prospective study. *Clin Oral Investig.* 2013; 17(1): 243–9.
59. Krastl G, Allgayer N, Lenherr P, Filippi A. Tooth discoloration induced by endodontic materials: a literature review. *Dent Traumatol.* 2013; 29(1): 2-7.
60. Laurent P, Camps J, Méo DM, Déjou J, About I. Induction of specific cell responses to a Ca (3) SiO (5)-based posterior restorative material. *Dent Mater.* 2008; 24(11): 1486- 94.
61. Lee SJ, Monsef M, Torabinejad M. Sealing ability of a mineral trioxide aggregate for repair of lateral root perforations. *J Endod.* 1993; 19(11): 541-4.
62. Lenherr P, Allgayer N, Weiger R, Filippi A, Attin T, Krastl G. Tooth discoloration induced by endodontic materials: a laboratory study. *Int Endod J.* 2012; 45 (10): 942–9.
63. Marciano MA, Costa RM, Camilleri J, Mondelli RF, Guimarães BM, Duarte MA. Assessment of color stability of white mineral trioxide aggregate angelus and bismuth oxide in contact with tooth structure. *J Endod.* 2014; 40 (8): 1235–40.
64. Marciano MA, Estrela C, Mondelli RF, Ordinola-Zapata R, Duarte MA. Analysis of the color alteration and radiopacity promoted by bismuth oxide in calcium silicate cement. *Braz Oral Res.* 2013; 27 (4): 318-23.
65. Marciano M, Guimarães BM, Amoroso PA, del Carpio Perochena A, Bramante CM, Duarte MAH. Alteração de cor de quatro cimentos obturadores. *Full Dent Sci.* 2013; 5(11): 221-5.
66. Marconyak LJ, Kirkpatrick TC, Roberts HW, Roberts MD, Aparicio A, Himel VT, et. al. Coronal tooth discoloration elicited by various endodontic reparative materials. *J Endod.* 2016; 42(3): 470-3.
67. McMichen FR, Pearson G, Rahbaran S, Gulabivala K. A comparative study of selected physical properties of five root-canal sealers. *Int Endod J.* 2003; 36(9): 629-35.
68. Meincke DK, Prado M, Gomes BPF, Bona AL, Sousa ELR. Effect of endodontic sealers on tooth color. *J Dent.* 2012; 41(3): e93-e6.
69. Mestieri, LB, Tanomaru-Filho M, Gomes-Cornélio AL, Salles LP, Bernardi MI, Guerreiro-Tanomaru JM. Radiopacity and cytotoxicity of Portland cement associated with niobium oxide micro and nanoparticles. *J Appl Oral Sci.* 2014; 22(6): 554–9.
70. Parirokh M, Torabinejad M. Mineral trioxide aggregate: a comprehensive literature review— part I: chemical, physical, and antibacterial properties. *J Endod.* 2010;36(1): 16-27.

71. Parirokh M, Torabinejad M. Mineral Trioxide Aggregate: A comprehensive literature review—part III: clinical applications, drawbacks, and mechanism of action. *J Endod.* 2010; 36(3): 400–13.
72. Ramos JCC, Palma PJ, Nascimento R, Caramelo F, Messias A, Vinagre A, et al. 1-year in vitro evaluation of tooth discoloration induced by 2 calcium silicate-based cements. *J Endod.* 2016; 42 (9): 1403–7.
73. Saldaña L, Méndez-Vilas A, Jiang L, Multigner M, González-Carrasco JL, Pérez-Prado MTT, et al. In vitro biocompatibility of an ultrafine grained zirconium. *Biomaterials.* 2007; 28(30): 4343–54.
74. Saleh IM, Ruyter IE, Haapasalo M, Orstavik D. The effects of dentine pretreatment on the adhesion of root-canal sealers. *Int Endod J.* 2002; 35(10): 859-66.
75. Sarkar NK, Caicedo R, Ritwik P, Moiseyeva R, Kawashima I. Physicochemical basis of the biologic properties of mineral trioxide aggregate. *J Endod.* 2005; 31(2): 97-100.
76. Silva EJ, Carvalho NK, Zanon M et al. Push-out bond strength of MTA HP, a new high-plasticity calcium silicate-based cement. *Braz Oral Res.* 2016; 30(1):1-5.
77. Shokouhinejad N, Nekoofar MH, Pirmoazen S, Shamshiri AR, Dummer PM. Evaluation and comparison of occurrence of tooth discoloration after the application of various calcium silicate-based cements: an ex vivo study. *J Endod.* 2016; 42(1): 140–4.
78. Siqueira JF Jr; Rocas IN, Valois CR. Apical sealing ability of five endodontic sealers. *Aust Endod J.* 2001; 27(1): 33-5.
79. Tanomaru-Filho M, Jorge EG, Guerreiro Tanomaru JM, Gonçalves M. Radiopacity evaluation of new root canal filling materials by digitalization of images. *J Endod.* 2007; 33(3): 249–51.
80. Tanomaru-Filho M, Morales V, Silva G F da, Bosso R, Reis JMM, Duarte MA, et al. Compressive strength and setting time of MTA and Portland cement associated with different radiopacifying agents. *Isrn Dent.* 2012; 2012: 2-4.
81. Tomas-Catala CJ, Collado-Gonzalez M, Garcia-Bernal D, Oñate-Sánchez RE, Forner L, Llena C, et al. Biocompatibility of new pulp-capping materials NeoMTA Plus, MTA Repair HP, and Biodentine on human dental pulp stem cells. *J Endod.* 2017; 44(1): 126-32.
82. Torabinejad M, Chivian N. Clinical applications of mineral trioxide aggregate. *J Endod.* 1999; 25(3): 197–205.
83. Torabinejad M, Parirokh M. Mineral trioxide aggregate: a comprehensive literature review—part II: leakage and biocompatibility investigations. *J Endod.* 2010; 36(2): 190-200.
84. Torabinejad M, White DJ, inventors; Loma Linda University, cessionário. Using Portland Cement. United States Patent US 5,769,638. 1998 Jun 23.

85. Tsatsas DV, Meliou HA. Sealing effectiveness of materials used in furcation perforation in vitro. *Int Dent J*. 2005; 55(3): 133-41.
86. Vallés M, Mercadé M, Duran-Sindreu F, Bourdelande JL, Roig M. Influence of light and oxygen on the color stability of five calcium silicate-based materials. *J Endod*. 2013; 39(4): 525–8.
87. Valles M, Roig M, Duran-Sindreu F, Martinez S, Mercade M. Color stability of teeth restored with Biodentine: a 6-month in vitro study. *J Endod*. 2015;41(7):1157-60.
88. Viapiana R, Flumignan DL, Guerreiro-Tanomaru JM, Camilleri J, Tanomaru-Filho M. Physicochemical and mechanical properties of zirconium oxide and niobium oxide modified Portland cement-based experimental endodontic sealers. *Int Endod J*. 2014; 47(5): 437–48.
89. Voveraityte V, Gleizniene S, Lodiene G, Grabliauskiene S, Machiulskiene V. Spectrophotometric analysis of tooth discolouration induced by mineral trioxide aggregate after final irrigation with sodium hypochlorite: An in vitro study. *Aust Endod J*. 2017; 43(1): 11-5.
90. Wang X, Sun H, Chang J. Characterization of Ca<sub>3</sub>SiO<sub>5</sub>/CaCl<sub>2</sub> composite cement for dental application. *Dent Mater*. 2008; 24(1): 74-82.
91. Ward LP, Strafford KN, Wilks TP, Subramanian C. The role of refractory element-based coatings on the tribological and biological behaviour of orthopaedic implants. *J Mater Process Tech*. 1996; 56(1-4): 364–74.
92. Zhang H, Shen Y, Ruse, ND, Haapasalo, M. Antibacterial activity of endodontic sealers by modified direct contact test against *Enterococcus Faecalis*. *J Endod*. 2009; 35(7): 1051–5.
93. Zhang W, Li Z, Peng B. Assessment of a new root canal sealer's apical sealing ability. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol*. 2009; 107(6): e79–82.

## APÊNDICE A - METODOLOGIA EXPANDIDA

A metodologia a seguir foi aplicada nas publicações 1, 2 e 3 com diferentes materiais.

Foram selecionados para participar deste estudo, duzentos incisivos superiores bovinos extraídos (Figura A1). Este projeto foi aprovado ao comitê de ética animal (nº 10/2016) e somente dentes bovinos hígidos, com completa formação radicular e sem calcificações pulpares foram selecionados. Foi realizado uma alteração no comprimento da secção das raízes, removendo –se 1 cm das raízes acima da junção cimento-esmalte (JCE), para padronização dos espécimes (Figura B1 e C1).

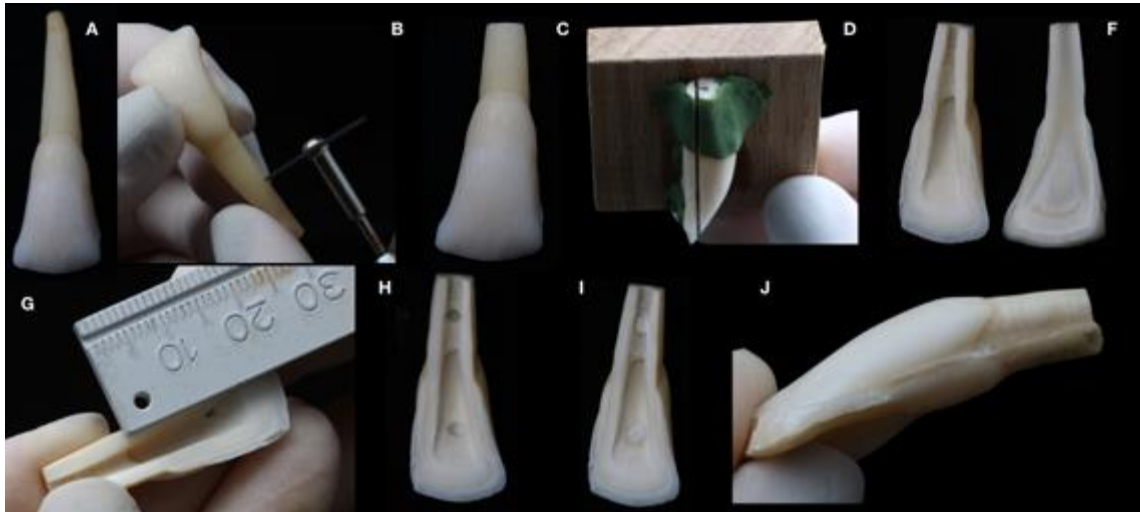
### **Preparo das amostras.**

A porção coronária dos dentes bovinos foram seccionadas longitudinalmente no sentido cérvico-incisal e mesio-distal (Figura D1) com auxílio da máquina de corte Isomet 1000 (BUEHLER Ltda., Lake Bluff, IL, EUA), a fim de obter 2 hemi-secções, a vestibular e a palatina de cada dente, e expor o canal radicular (Figura F1). Na face interna da hemi-secção vestibular foram realizadas duas cavidades, uma na porção radicular, 3 mm acima do JCE, e outra na porção coronária, 13 mm abaixo da JCE (Figura G1 e H1), utilizando broca 3100 (KG Sorensen -Medical Burs Indústria e Comercio de Produtos Abrasivos LTDA, Cotia, SP, Brasil) em alta rotação (Dabi Atlante Indústrias Médico Odontológicas Ltda., Ribeirão Preto, SP, Brasil). Utilizando o especímetro Iwasnson (GOLGRAN Indústria e Comércio de Instrumentos Odontológicos Ltda., São Paulo, SP, Brasil) a espessura remanescente do esmalte/dentina coronal e da dentina radicular foi padronizada em 2 mm e 1mm, respectivamente (Figura A2)

As cavidades foram limpas utilizando 2ml de hipoclorito de sódio 2,5% e 2 ml de EDTA 17% durante 3 minuto para remoção da “smear layer”. Em seguida lavadas com 5ml de água destilada para remover os resíduos químicos das soluções utilizadas na limpeza das cavidades e secas com papel absorvente. Os materiais foram proporcionados, manipulados segundo as instruções dos fabricantes e inserido no interior das cavidades (Figura I1). Após o preenchimento das cavidades com os materiais a serem avaliados, os fragmentos serão reposicionados de forma a permanecerem justapostos (Figura J1) com auxílio de adesivo à base de resina epóxi (Araldite, Brascola, Joinville, SP, Brasil). Os espécimes foram armazenados em um recipiente com gaze umedecida, com uma troca semanal da gaze, a 37° C

e 95% de umidade, durante todo o estudo os espécimes foram somente removidos para realização da inserção dos materiais e realização da leitura de cor.

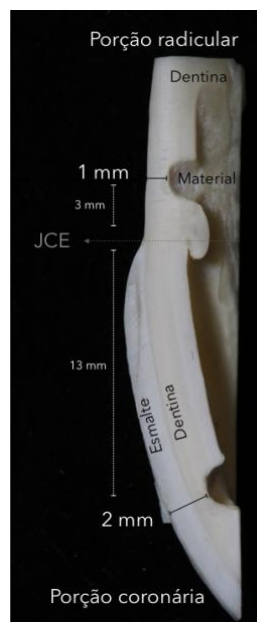
**Figura 1A-** Esquematização da metodologia



Legenda: A: Incisivos superiores bovinos/ B: Remoção de 1 cm das raízes acima da JCE/ C: Incisivo padronizado/ D: Corte longitudinal dos dentes/ E: Secção vestibular e palatina/ F: Mensuração das cavidades/ G: Cavidades na porção radicular e coronária/ H: Material inserido/ I: Fragmentos justapostos.

Fonte: Elaboração Própria

**Figura 2A** - Esquema das cavidades realizadas em nível coronário e radicular com um remanescente de esmalte-dentina de 2 mm de espessura.



Fonte: Elaboração própria.

Os espécimes (n=10) foram distribuídos em grupos de acordo com os materiais de cada publicação (1,2 ou 3). Cavidades vazias ao nível coronário e radicular realizado com a mesma metodologia que os demais grupos foram utilizadas como controle negativo e cavidades preenchidas com pasta triantibiótica composta por ciprofloxacina, minociclina e metronidazol, serviram de controle negativo para todas as publicações.

### **Análise da alteração cromática.**

A alteração de cor dos materiais e da estrutura dental nas superfícies vestibulares será mensurada antes da inserção dos materiais (T0), imediatamente após a inserção (T1) e após 7 (T7), 15 (T15), 30 (T30), 60 (T60), 120 (T120) e 180 dias (T180) da inserção dos materiais nas cavidades, pelo mesmo operador em um ambiente com iluminação padronizada.

### **Mensuração da alteração de cor**

A alteração de cor das amostras foi determinada utilizando o espectrofotômetro de reflectância VITA EasyShade Advance 4.0 (VITA Zahnfabrik, Bad Säckingen, Alemanha). Para padronização do posicionamento do espectrofotômetro durante as leituras de cor foram confeccionados moldes de silicone de condensação individuais para cada amostra com duas aberturas de 2 mm de diâmetro permitindo a padronização do posicionamento da ponta do leitor EasyShade (Figura 3A).

**Figura 3A** - molde de silicone com o dente bovino posicionado



Fonte: Elaboração própria.



Em cada período de tempo, o dispositivo foi previamente calibrado a cada mensuração, de acordo com as instruções fornecidas pelo fabricante. A medição da cor foi realizada posicionando a ponta de leitura do equipamento perpendicular à superfície da amostra, com auxílio de um dispositivo padronizador (Figura 4A), tendo como referência a distância das cavidades em relação à JCE, de forma que a posição da cavidade coincida com a ponta de leitura do aparelho. Os dados obtidos foram registrados em planilhas com auxílio do software MicrosoftExcel©.

**Figura 4A** - Espectrofotômetro VITA EasyShade Advance 4.0 posicionado sobre dispositivo padronizador.



Fonte: Elaboração própria

Cada mensuração foi repetida 3 vezes para todos os grupos experimentais e as alterações cromáticas foram calculadas com base em valores de  $\Delta E$  obtidos pela fórmula proposta pela Comissão Internacional l'Éclairage (CIE):

$$\Delta E = [(\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2]^{1/2}.$$

O CIELAB é um sistema de cor subtrativo que representa a percepção do olho humano através de um sistema uniforme de três eixos. Onde  $\Delta E$  representa o total da diferença de cor entre duas espécimes, o eixo  $L^*$  representa a luminosidade da cor, podendo variar de preto a branco (0 a 100), os eixos  $a^*$  e  $b^*$  representam as variações cromáticas de verde/vermelho e azul/amarelo respectivamente. Os dados registrados ( $L^*$ ,  $a^*$  e  $b^*$ ) foram enviados para análise estatística e seu delineamento foi realizado.

## ANEXO A - CEUA

Aprovação do Comitê de ética em pesquisa em animais CEUA: 10/2016



UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA  
"JÚLIO DE MESQUITA FILHO"  
Câmpus de Araraquara  
FACULDADE DE ODONTOLOGIA

**CERTIFICADO**

Certificamos que a proposta intitulada "*ANÁLISE DA DESCOLORAÇÃO DENTAL PROMOVIDA POR DIFERENTES BIOMATERIAIS E CIMENTOS ENDODÔNTICOS À BASE DE SILICATO DE CÁLCIO*", registrada com o nº 10/2016, sob a responsabilidade do(a) **Prof(a). Dr(a). Mário Tanomaru Filho** – que envolve a produção, manutenção ou utilização de animais pertencentes ao filo Chordata, subfilo Vertebrata (exceto humanos), para fins de pesquisa científica – encontra-se de acordo com os preceitos da Lei nº 11.794, de 8 de outubro de 2008, do Decreto nº 6.899, de 15 de julho de 2009, e com as normas editadas pelo Conselho Nacional de Controle da Experimentação Animal (CONCEA), e foi aprovado pela **COMISSÃO DE ÉTICA NO USO DE ANIMAIS (CEUA) DA FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE ARARAQUARA** em reunião de 28/06/2016.

Finalidade	<input type="checkbox"/> Ensino <input checked="" type="checkbox"/> Pesquisa Científica
Vigência do Projeto	Março/2017
Espécie/linhagem	Gado Nelore
Nº de animais	200 dentes
Peso/Idade	250 Kg – 5 anos
Sexo	Macho
Origem	Mondelli Indústria de Alimentos S/A.

**Prof. Dr. PAULO SÉRGIO CERRI**  
Coordenador da CEUA

Não autorizo a reprodução deste trabalho até 15 de março de 2020.

(Direitos de publicação reservado ao autor)

Araraquara, 15 de março de 2018.

RAFAELA NANAMI HANDA INADA.