



Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”

Faculdade de Odontologia de Araraquara

Curso de Pós-Graduação em Odontologia – Nível Mestrado

SANTIAGO MASSI

Araraquara

2010

Universidade Estadual Paulista

“Júlio de Mesquita Filho”

Campus Araraquara

SANTIAGO MASSI

**ANÁLISE FÍSICA QUÍMICA E MECÂNICA DE UM CIMENTO
EXPERIMENTAL À BASE DE MTA**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia – Área de Endodontia, da Faculdade de Odontologia de Araraquara, da Universidade Estadual Paulista, para obtenção do título de Mestre em Odontologia.

Orientador: Prof. Dr. Mário Tanomaru Filho

ARARAQUARA

2010

Massi, Santiago

Análise física química e mecânica de um cimento experimental à base de MTA / Santiago Massi.– Araraquara: [s.n.], 2010.
66 f. ; 30 cm.

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

Orientador : Prof. Dr. Mário Tanomaru Filho

1. Endodontia 2. Materiais dentários 3. Cimentos dentários

I. Título.

SANTIAGO MASSI

**ANÁLISE FÍSICA QUÍMICA E MECÂNICA DE UM CIMENTO
EXPERIMENTAL À BASE DE MTA**

COMISSAO JULGADORA

DISSERTAÇÃO PARA OBTENÇÃO DO GRAU DE MESTRE

Presidente e Orientador: Prof. Dr. Mário Tanomaru Filho

2º Examinador: Prof. Dr. José Milton Carlos Kuga

3º Examinador: Prof. Dr. Marco Antonio Hungaro Duarte

Araraquara, 31 de março de 2010.

DADOS CURRICULARES

Santiago Massi

NASCIMENTO: 12.05.1983 – Rio de Janeiro/RJ

FILIAÇÃO: Osvaldo M. Massi

Graciela Daniele de Massi

2001-2005 – Curso de Graduação (FO – UERJ)

2005 – Curso de Atualização em endodontia (FO – UERJ)

2006 – Curso de Atualização em endodontia (FOAr – UNESP)

2008-2010 – Mestrado em Odontologia (Área de concentração em endodontia) (FOAr – UNESP)

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

AGRADECIMENTOS

A minha família, pelo apoio incondicional, carinho e compreensão durante esta jornada.

Ao meu Pai, exemplo de vida, como pessoa e profissional, principal incentivador deste mestrado.

A minha Mãe, pelo amor, carinho e dedicação por toda minha vida.

A minha Irmã, pelo companheirismo e momentos de descontração.

Ao meu orientador, Prof. Dr. Mário Tanomaru Filho, pela paciência, compreensão e orientação durante a realização deste trabalho, por compartilhar comigo seu amplo conhecimento da ciência endodôntica, assim como pela amizade e confiança que pudemos construir ao longo desta jornada.

À Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” (UNESP), na pessoa de seu Magnífico Reitor Prof. Dr. Herman Jacobus Cornelis Voorwald e vice-reitor Prof. Dr. Julio Cezar Durigan.

À Faculdade de Odontologia de Araraquara – UNESP, na pessoa de seu Diretor Prof. Dr. José Cláudio Martins Segalla e vice-diretora Profa. Dra. Andréia Affonso Barreto Montandon.

Ao Departamento de Odontologia Restauradora da Faculdade de Odontologia de Araraquara – UNESP, representado pelo Chefe de Departamento Prof. Dr. Osmir Batista de Oliveira Júnior e vice-chefe Prof. Dr. Idomeo Bonetti Filho.

Ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia – Área de Endodontia, coordenado pelo Prof. Dr. Mário Tanomaru Filho, o qual colaborou imensamente na realização deste trabalho. Agradeço pelo seu exemplo de amor e dedicação à pesquisa endodôntica.

Ao Prof. Dr. Renato de Toledo Leonardo, pela oportunidade e acolhimento quando cheguei a esta instituição e pela amizade e afeto que sempre demonstrou pela minha pessoa.

A Profa. Dra. Juliane Maria Guerreiro Tanomaru, por estar sempre presente e disposta a ajudar, contribuindo de maneira fundamental para a confecção deste trabalho.

Ao Prof. Dr. Idomeo Bonetti Filho, por compartilhar sua serenidade e sabedoria no dia a dia, sempre solícito e atencioso com todos.

Ao Prof. Dr. Fábio Luiz Camargo Villela Berbert, por sua jovialidade e alegria, assim como sua ajuda na confecção deste trabalho.

Ao Prof. Dr. Roberto Miranda Esberard, que apesar de seu jeito calado e sério sempre foi solícito quando requisitado.

A banca examinadora composta pelo meu orientador Prof Dr. Mário Tanomaru Filho, pelo Prof. Dr. Milton Carlos Kuga e pelo Prof. Dr. Marco Antônio Húngaro Duarte, pela disponibilidade e atenção, evidenciadas pelas considerações e correções apresentadas no ato da defesa.

Aos funcionários do Departamento de Odontologia Restauradora da Faculdade de Odontologia de Araraquara – UNESP. Todos sempre foram educados, solícitos e atenciosos.

Aos funcionários da Seção de Pós-Graduação da Faculdade de Odontologia de Araraquara – UNESP, especialmente a Sra. Mara Cândida Munhoz do Amaral, pela ajuda e disposição em todos os momentos que necessitei.

Aos funcionários da Biblioteca da Faculdade de Odontologia de Araraquara – UNESP, pelo auxílio nas pesquisas bibliográficas e revisões da presente dissertação.

Aos colegas de Pós-Graduação (Nível Mestrado), Ana Carolina, Ana Livia, Carolina, Geraldine, Naiana, Paula, Renata e Roberta, pela amizade, companheirismo e ajuda durante esta caminhada. Cada um de vocês, com suas peculiaridades, conquistaram um lugar especial em meu coração.

Aos colegas de Pós-Graduação (Nível Doutorado), Adriana, Anderson, Arnaldo, Bier, Eduardo, Érica, Guilherme, Gustavo, José Carlos, Louise, Norberto, Rodrigo, Ronaldo, Regina e Sérgio, pela amizade, atenção e auxílio no período em que convivemos.

Aos amigos que fiz durante minha estadia em Araraquara, Norberto, Hugo, José Carlos, Bier, “Thunder”, Fred, “X”, Ronaldo, Zé Mauricio e outros, companheiros que nos momentos difíceis e nas horas mais loucas, foram fundamentais para manter a alegria e a sanidade mental.

Aos meus amigos da Republica BarTira, companheiros de toda hora, capazes de suportar meus momentos mais difíceis e me fazer rir quando o riso parecia impossível, “Nerso”, Felipe, Fernando, Anderson, Eder, Júnior, Augusto, Rafael e outros.

Aos meus amigos da Republica Deus Lhe Pague, pelo acolhimento nesta fase final, mostrando que todo fim nada mais é do que o início de algo novo, e que somente depende de nós tornar o novo tão bom quando aquilo que terminou.

Aos colegas da turma de mestrado anterior, Adriana, Claudia, Érica, Fernando, Frederico, Guilherme, Hugo, Norberto muitos dos quais se encontram em doutoramento hoje, pela amizade e companhia.

A Roberta, companheira de orientador, pela ajuda e amizade.

A Henrique Somenzari Neto, que me recebeu em Araraquara junto ao Prof. Dr. Renato de Toledo Leonardo, e que infelizmente partiu deixando um enorme vazio em todos aqueles que o conheceram.

A todos aqueles que de alguma forma fizeram parte desta etapa de minha vida, contribuindo para que eu possa continuar com meu crescimento pessoal e profissional.

A CNPq pela bolsa de estudos obtida no segundo semestre do curso.

SUMÁRIO

RESUMO.....	10
ABSTRACT.....	13
INTRODUÇÃO.....	16
OBJETIVO.....	21
CAPITULO 1.....	23
CAPITULO 2.....	40
CONSIDERAÇÕES FINAIS.....	56
REFERÊNCIAS	60

RESUMO

Massi S. Análise física química e mecânica de um cimento experimental à base de MTA [Dissertação de Mestrado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2010.

RESUMO

Modificações têm sido propostas ao MTA e cimento Portland para a obtenção de um cimento obturador de canal radicular. Um material experimental à base de MTA (CE-MTA) é avaliado neste estudo para emprego como cimento endodôntico, contendo cimento Portland, radiopacificador, aditivos e veículo. Assim, o objetivo deste estudo foi avaliar o cimento experimental, usando como parâmetros comparativos o cimento AHPlus (AHP), MTA-Angelus (MTA) e cimento Portland (CP). Foram realizados testes de tempo de presa; resistência à compressão; escoamento; radiopacidade; alteração do pH e liberação de íons cálcio. Todas as metodologias foram definidas usando como referência normas ISO e a literatura científica recente da área endodôntica. O teste de escoamento seguiu a metodologia proposta pela norma ISO, com a medição do diâmetro dos discos de cimento, assim como da área por meio de um programa de imagens. O tempo de presa foi avaliado pela norma da ADA/ASTM, verificando os períodos de tempo necessários para que as agulhas indentadoras (100g e 2mm de diâmetro na ponta; e 456g e 1 mm de diâmetro na ponta) não marcassem a superfície dos discos de cimento, fornecendo resultados para a presa inicial e final. No teste de radiopacidade foi feita uma comparação da radiopacidade de discos de cimento de 10mm de diâmetro e 1 mm de espessura, com uma escala de alumínio padronizada. A

alteração de pH do foi avaliada com um pHmetro e a liberação de cálcio com um espectrofotômetro de absorção atômica. Para ambos os ensaios tubos preenchidos com o cimento foram imersos em frascos contendo água destilada. Os tubos foram passados para um novo frasco contendo mais água destilada nos períodos de tempo de 3, 6, 12, 24 e 48 horas, assim como 7, 14 e 28 dias. O líquido remanescente nos frascos foi avaliado para obter os resultados deste ensaio. Na resistência à compressão foi utilizada a metodologia sugerida pela norma ISO 9917, Cilindros com 12 mm de altura e 6 mm de diâmetro de cada cimento foram fraturados usando uma máquina EMIC DL nos períodos experimentais de 24 horas e 21 dias. Os dados obtidos nas diferentes metodologias foram submetidos ao teste de normalidade, ANOVA e Tukey, com 5% de significância. Resultados: Os resultados demonstraram que o CE-MTA apresenta escoamento e tempo de presa similares ao AHP e superiores ao mínimo exigido pela norma ISO. A resistência à compressão foi similar ao MTA no período de 21 dias. O CE-MTA mostrou liberação de cálcio superior aos outros cimentos em todos os períodos experimentais, e pH mais elevado até o período de 48 horas, tendo resultados similares ao MTA e CP nos demais períodos de tempo. A radiopacidade do CE-MTA foi inferior ao MTA e ao AHP. Com base nestes resultados, podemos concluir que o cimento experimental apresenta potencial para uso como cimento endodôntico, embora mais testes sejam necessários para indicar seu uso clínico.

Palavras chave: Endodontia, Materiais Dentários, Tratamento do Canal Radicular

ABSTRACT

Massi S. Physical, chemical and mechanical evaluation of a MTA based experimental Sealer[Dissertação de Mestrado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2010.

ABSTRACT

Modifications of MTA and Portland cement has been proposed to obtain an root canal sealer. This study evaluates an experimental MTA based root canal sealer (CE-MTA) which contains Portland cement, radiopacifier, additives and a vehicle. The aim of this study was to evaluate the experimental endodontic sealer, using white Portland cement (CP), MTA-Angelus(MTA) and AH Plus (AHP) as control groups. The tests realized were: setting time, radiopacity, compressive strength, pH alterations, calcium release and flow. The flow test followed the ISO 6876 norms, and the the sealer discs' area was measured with a paquimeter and using an area measurement software. The setting time was measured based on the ADA/ASTM Norm, allowing initial and final setting time measurements. Radiopacity was measured using an aluminum scale as reference and sealer discs with 10 mm in diameter by 1 mm thick. The pH was measured using a pHmeter and the calcium release using an atomic absorption spectrophotometer. For compressive strength test the ISO 9917 methodology was used, testing specimens at 24 hours and 21 days. All the data was submitted to statistical analysis, a normality test, and after the data normality check, an ANOVA and a Tukey test using 5% significance were applied.

Results: The results showed that CE-MTA has flow similar to AH Plus and superior to the minimum required by the ISO standard. The setting time was faster than AH Plus and slower than MTA and Portland cement. The compressive strength was lower for the experimental sealer at 24 hours time compared with all the tested materials, and similar for the experimental sealer and MTA at 21 days. The experimental sealer had a superior calcium release in all period of time, and higher pH values until 48 hours period, being similar to MTA and Portland cement on posterior time periods. The experimental sealer radiopacity was lower than MTA and AHPlus'. Based on this results we conclude that the experimental sealer have good potential as endodontic sealer, but more tests are needed to approve its clinical use.

Keywords: Endodontics, Dental Materials, Root Canal Therapy

INTRODUÇÃO

INTRODUÇÃO

Com os avanços tecnológicos introduzidos na prática endodôntica, principalmente a partir da década de 90, a endodontia tornou-se mais precisa e aumentou seus índices de sucesso. A introdução de novas ligas para a confecção de instrumentos, os localizadores foraminais eletrônicos e novas técnicas e materiais obturadores permitem a realização de procedimentos com maior precisão e perspectivas de sucesso.

No entanto, complicações anatômicas, erros técnicos e persistência da infecção no sistema de canais radiculares podem conduzir o tratamento endodôntico ao insucesso, podendo levar a indicações de retratamento endodôntico ou cirurgia parendodôntica (Kim, Kratchman²¹, 2006).

A grande quantidade de materiais retrobturadores existentes atualmente demonstra a intensa busca por um material ideal. O amálgama foi um material largamente utilizado em obturações retrógradas. Entretanto, foi substituído por materiais contendo óxido de zinco e eugenol (OZE) como o IRM e SuperEBA(Siqueira et al.³⁰, 2001).

Com o surgimento do MTA em 1995 (Torabinejad, White³⁴, 1995) novas perspectivas foram estabelecidas para os materiais endodônticos, em função de suas propriedades de biocompatibilidade e atividade biológica(Sarkar et al.²⁹, 2005; Tanomaru-Filho et al.³¹, 2006; Bernabé et al.⁶, 2005; Gorduysus et al.¹⁸, 2007). No entanto, as propriedades mecânicas do

MTA proporcionam dificuldades para sua aplicação clínica (Kogan et al.²², 2006).

Diversos estudos mostram que o MTA é constituído por cimento Portland acrescido de radiopacificador (Torabinejad, White³⁴, 1995; Parirokh, Torabinejad²⁵, 2010; Asgary et al.² 2008). A presença de óxido de Bismuto na formula do MTA para atuar como radiopacificador é considerada uma das causas de sua menor resistência em relação ao cimento de portland (Coomaraswamy et al.¹⁴, 2007), embora não tenham sido encontradas variações significativas quando a concentração de bismuto varia entre 10 e 30% (Saliba et al.²⁶, 2009). Mais estudos são necessários para avaliar a influência de outros radiopacificadores no material.

Modificações em sua formulação passaram a ser propostas para o MTA, tanto para uso como material retrobturador quanto cimento endodôntico(Kogan et al.²², 2006; Tanomaru et al.³³, 2008; Antunes Bortoluzzi et al.¹, 2006 , Bortoluzzi et al.⁹, 2006; Bortoluzzi et al.¹⁰, 2009; Camilleri^{12, 13}, 2008), embora no momento o único material disponível no mercado que utiliza MTA como base indicado como cimento endodôntico é o Endo CPM Sealer.

Vários materiais experimentais têm sido propostos. Dentre os cimentos experimentais á base de MTA podemos ressaltar o CER (Cimento Endodôntico Rápido) (Santos et al.²⁷, 2005; Santos et al.²⁸, 2008; Gomes-Filho et al.¹⁷, 2009), que apresenta boa biocompatibilidade, capacidade de estimular a deposição de tecido mineralizado e tempo de presa menor em relação ao MTA. Alem disso, temos o NEC (New Endodontic Cement) que

apresenta menor tempo de presa e maior escoamento em relação ao MTA (Asgary et al.², 2008; Asgary et al.³, 2009). O cimento EndoBinder, à base de aluminato de cálcio com aditivos, apresentou selamento microbiano similar ao MTA (Jacobovitz et al.²⁰, 2009). Além do MTA Obtura (Bernardes et al.⁷, 2010) e Endo CPM Sealer (Tanomaru et al.³³, 2008), ambos idealizados como cimento endodôntico. Além disso temos a literatura odontológica indica os efeitos de diversos aditivos oriundos da construção civil sobre o MTA e o cimento Portland visando modificações de suas propriedades (Asgary et al.², 2008; Antunes Bortoluzzi et al.¹, 2006; Bortoluzzi et al.⁹, 2006; Bortoluzzi et al.¹⁰, 2009; Camilleri et al.¹¹, 2005; Camilleri^{12, 13} 2008; Ber et al.⁵ 2007; Huang et al.¹⁹, 2008).

Estima-se que uma das causas do sucesso do MTA seja sua liberação de cálcio, reconhecida como capaz de induzir a deposição de hidroxiapatita na presença de fluidos orgânicos (Sarkar et al.²⁹, 2005). Os cimentos resinosos possuem excelentes propriedades mecânicas e baixa solubilidade (Versiani et al.³⁵, 2006). Além disso, podem ser misturados com outros materiais com resultados positivos, como o Sealer 26, uma associação de resina epóxica com hidróxido de cálcio (Duarte et al.¹⁶, 2000).

Muitas propriedades ideais são citadas para cimentos de uso endodôntico. O escoamento, que é associado com a capacidade de escoar durante a obturação e preencher as irregularidades do sistema de canais radiculares (McMichen et al.²⁴, 2003). O tempo de presa e tempo de trabalho do cimento, que deve ser longo o suficiente pra permitir que este se apresente fluido durante toda a etapa de obturação do sistema de canais radiculares (Versiani et al.³⁵, 2006). A liberação de cálcio e elevação do pH

durante a presa foram relacionados com resultados positivos em testes de biocompatibilidade (Santos et al.²⁷, 2005; Duarte et al.¹⁶, 2000; Leonardo et al.²³, 1997). A resistência a compressão é importante para que o cimento não se deteriore quando submetido às deformações do dente durante os esforços mastigatórios (Dietschi et al.¹⁵, 2007). A radiopacidade permite um controle radiográfico da qualidade da obturação e sua preservação (Tanomaru-Filho et al.³², Beyer-Olsen, Orstavik⁸, 1981).

Assim, para a validação de materiais experimentais, além da biocompatibilidade, várias propriedades físicas, químicas e mecânicas devem ser analisadas.

PROPOSIÇÃO

PROPOSIÇÃO

Artigo 1:

Avaliar um novo cimento endodôntico experimental à base de MTA quanto ao escoamento, radiopacidade e resistência à compressão, comparando com MTA, Cimento Portland e AHPlus.

Artigo 2:

Avaliar um novo cimento endodôntico experimental à base de MTA em relação à seu tempo de presa, assim como liberação de cálcio e pH, em comparação aos mesmos materiais do artigo 1.

Avaliação do escoamento, radiopacidade e resistência à compressão
de um cimento endodôntico à base de MTA.

CAPITULO 1

O Artigo será submetido ao Journal of Endodontics

Resumo

Introdução: Na busca de um cimento endodôntico ideal, novos materiais à base de MTA são propostos. Um cimento endodôntico experimental (CE-MTA) foi desenvolvido para utilização como cimento obturador de canal radicular, a partir de cimento Portland branco, radiopacificador, aditivos e veículo. Torna-se necessária avaliação de suas propriedades físicas e mecânicas. O objetivo deste estudo foi avaliar o escoamento, radiopacidade e resistência à compressão de um novo cimento endodôntico experimental contendo MTA (CE-MTA) comparado com AHPlus (AHP), MTA branco Angelus (MTA) e Cimento Portland branco (CP). **Métodos:** O teste de escoamento foi baseado na norma ISO 6876, com variação na forma de mensuração dos espécimes, sendo usados o diâmetro médio e a área de escoamento do cimento. O ensaio de radiopacidade foi baseado na norma ISO 6876 e a resistência à compressão baseada na norma ISO 9917. Para o teste de resistência à compressão foram confeccionados 12 cilindros de 6mm de diâmetro e 12 de altura, submetidos ao teste em máquina de ensaios mecânicos EMIC DL com velocidade de 0,5mm/s. Os dados foram submetidos ao teste de normalidade, ANOVA e Tukey, com 5% de significância. **Resultados:** Os resultados demonstraram que o CE-MTA apresenta escoamento similar ao AHP, e superior ao mínimo exigido pela norma ISO. A resistência à compressão foi similar ao MTA no período de 21 dias. A radiopacidade do cimento experimental foi inferior ao MTA e ao AHPlus e similar a omento Portland. **Conclusões:** O material experimental à base de MTA apresenta boas propriedades de escoamento e resistência à compressão para uso endodôntico,

modificações em sua formulação podem ser indicadas para melhorar sua radiopacidade. Mais estudos são necessários para indicar o uso clínico deste material.

Introdução

A partir da introdução do MTA nos anos 90 (1) várias perspectivas foram estabelecidas quanto às suas indicações, em função de sua atuação como material bioativo, incluindo as retroobturações, selamento de perfurações radiculares e de furca, pulpotomias e indução de apicificação (2, 3). Atualmente, tem sido proposto uso de materiais derivados do MTA e Cimento Portland como material obturador de canal radicular (4-6). Com esta finalidade, modificações na formulação são realizadas com objetivo de aperfeiçoar suas propriedades físicas, químicas e mecânicas (7) visando obter um escoamento que possibilite seu uso como cimento endodôntico, tempo de presa longo suficiente para o mesmo propósito e sem comprometer sua radiopacidade.

Diversos estudos têm proposto materiais experimentais baseados em MTA devido à excelente biocompatibilidade do material (5, 8-10). Alguns autores destacam os resultados biológicos do MTA em função de sua bioatividade (11). No entanto, além das propriedades biológicas um cimento endodôntico deve apresentar características de manipulação e escoamento compatíveis com o uso clínico (12).

Dentre as modificações propostas para a formulação de um cimento endodôntico destacamos a incorporações de aditivos (7, 13-15) ou acréscimo de veículos e substâncias relacionadas à presa do mesmo (5, 8, 9). A maior parte destes cimentos, entretanto, encontra-se em caráter experimental. No entanto, alguns materiais encontram-se disponíveis no mercado como o EndoCPM Sealer, que apresenta boa capacidade antimicrobiana(16), potencial de liberação de íons cálcio e hidroxila (6), além de biocompatibilidade (17, 18).

Outros cimentos endodônticos à base de MTA têm sido estudados. Gomes-Filho et al. (19) investigaram a capacidade de um cimento endodontico experimental (CER) de estimular a deposição de tecido mineralizado em subcutâneo de rato. Os resultados mostraram resultados similares ao MTA. Jacobovitz et al. (5) estudaram o cimento experimental EndoBinder, à base de aluminato de cálcio e aditivos, demonstrando que o cimento experimental apresentou uma resistência a infiltração bacteriana similar ao MTA até o período de 30 dias.

Bernardes et al. (4) estudaram o escoamento do AHPlus, do Sealer 26 e do MTA Obtura, um cimento endodôntico contendo MTA (Angelus, Londrina, Brasil) em fase experimental. Para este estudo foi usada a metodologia sugerida pela norma 57 da ANSI/ADA, sendo que o AHPlus mostrou um maior escoamento em relação aos outros cimentos, e não foi encontrada diferença significativa entre o MTA Obtura e o Sealer 26.

Dentre as propriedades físicas necessárias para um cimento endodôntico está incluída a radiopacidade capaz de permitir a distinção do material em relação às estruturas anatômicas

adjacentes(20, 21), possibilitando a avaliação da qualidade da obturação. Embora a mensuração da radiopacidade dos materiais possa ser feita pela avaliação densitométrica das radiografias (22), muitos estudos avaliam essa propriedade por meio de imagens digitalizadas(20, 22-25).

Baseado na perspectiva de proposta de matérias derivados do MTA, contendo cimento Portland, radiopacificador, aditivos e veículos que possibilitem a presa do material, novo material é proposto neste estudo com indicação para obturação de canais radiculares. Assim, o objetivo deste estudo foi analisar o escoamento, radiopacidade e resistência a compressão de um cimento endodôntico experimental à base de MTA, comparado com MTA, Cimento Portland e AHplus.

Materiais e métodos

Para os ensaios foram definidos 4 grupos: MTA branco (MTA, Angelus, Londrina, Brasil), Cimento Portland Branco (CP, CPB-40 estrutural Votoran, Votorantin cimentos, Camargo Correa Cimentos S.A., Pedro Leopoldo, MG), AHPlus (AHP, Dentsply DeTrey, GmbH Konstanz, Alemanha) e o Cimento Experimental (CE-MTA), contendo cimento Portland branco, radiopacificador, aditivos e veículo.

Para todos os testes o cimento experimental foi manipulado numa proporção de 5:3 de pó:líquido (peso) de acordo com estudo prévio. Os demais materiais foram manipulados, nas proporções a seguir: o MTA Angelus

segundo o fabricante (19), assim como o Cimento Portland Branco (3:1 em peso) (26) e o AHPlus (quantidades iguais de pasta A e pasta B) (4).

O teste de Escoamento foi realizado de acordo com a norma ISO 6876, também citada por Asgay et al. (8), colocando 0,05ml de cimento entre duas placas de vidro e aplicando um peso de 100 gramas sobre a placa superior. No entanto a mensuração de resultados foi feita usando 2 técnicas. Na primeira foi realizada mensuração do maior e menor diâmetro de cada espécime, sendo utilizados apenas espécimes (n=10) com diferença entre seu maior e menor diâmetro menor que 1 milímetro. Para o segundo método, os corpos de prova foram fotografados ao lado de uma régua milimetrada de forma padronizada. Após a obtenção das imagens a área do cimento foi medida em mm² no programa UTHSCSA Image Tool for Windows Versão 3.00, como descrito por Tanomaru-Filho *et al.* em análises com corpos de prova de guta-percha (27, 28).

Para o teste de radiopacidade foram confeccionados discos (n=6) de 10 mm de diâmetro por 1 mm de altura. As radiografias foram realizadas com um aparelho de raios X GE 1000 (General Electric, Milwaukee, WI) operando a 50 kV, 10 mA e 18 pulsos por segundo, com distância focal de 33 cm, em filme oclusal (Insight – Kodak Comp, Rochester, NY). Cada radiografia incluiu um disco de cada material e uma escala de alumínio. As radiografias foram digitalizadas e avaliadas usando o software UTHSCSA ImageTool for Windows version 3.00, onde foram selecionadas as áreas de cada degrau da escala de alumínio e dos cimentos, para determinar a equivalência da radiopacidade dos

cimentos em milímetros de alumínio de maneira similar a Vivan et al. (25)

Para o teste de resistência à compressão os corpos de prova foram confeccionados de acordo com Islam et al. (29). Seis cilindros com 12 mm de altura e 6 mm de diâmetro de cada material foram submetidos à um teste de compressão em uma máquina de ensaios Emic DL (Emic Equipamentos e Sistemas de Ensaio, São José dos Pinhais – PR, Brasil) com uma célula de carga de 5KN a uma velocidade de 0,5mm/minuto após 24 horas e 21 dias do preparo das amostras. A tensão máxima suportada em MPa foi calculada (MPa) usando a força máxima suportada e o diâmetro dos cilindros ($1\text{Pa} = 1\text{N}/1\text{m}^2$).

Os resultados obtidos foram submetidos a um teste de normalidade, sendo esta comprovada, foram posteriormente submetidos aos testes ANOVA e Tukey, com 5% de significância.

Resultados

Os resultados do teste de escoamento mostram que o cimento experimental apresentou resultados similares ao AHP, sendo estes superiores ao CP e MTA ($P < 0,001$), segundo a tabela 1.

A radiopacidade do CE-MTA se mostrou inferior ao AHP e ao MTA, sendo similar ao CP.

No ensaio de resistência a compressão o CP apresentou uma maior resistência à compressão no período de 24 horas, seguido pelo AHP ($P < 0,05$), MTA ($P < 0,001$) e o CE-MTA ($P < 0,001$). No período de 21 dias o CE-MTA apresentou resultados similares ao MTA ($P > 0,05$) e o CP foi similar ao AHP ($P > 0,05$). O AHP e o CP foram superiores ao MTA e ao CE-MTA ($< 0,05$).

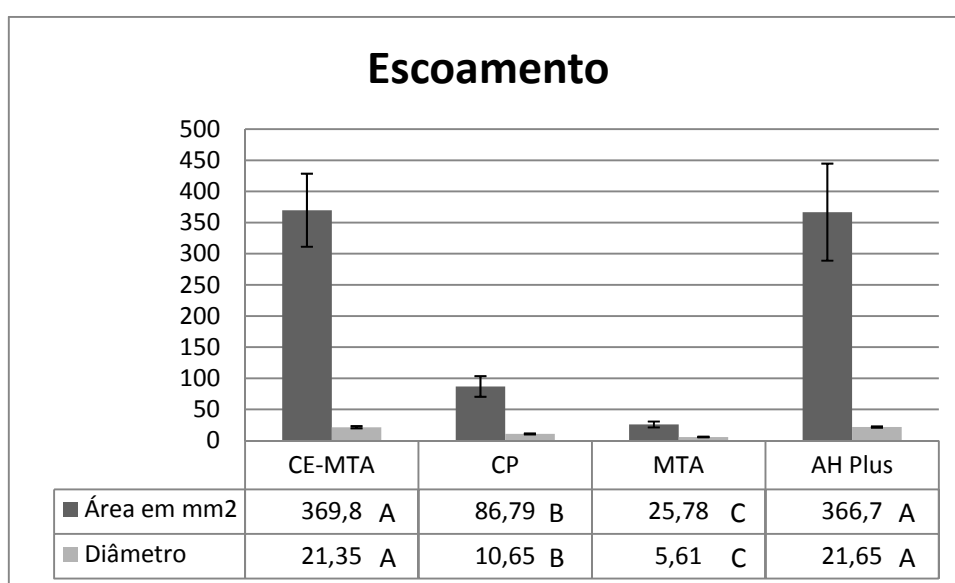


Figura 1: Área média (mm²) e diâmetro médio (mm) dos discos formados no teste de escoamento e seus diâmetros médios. Letras iguais mostram médias sem diferença estatística ($p > 0,05$).

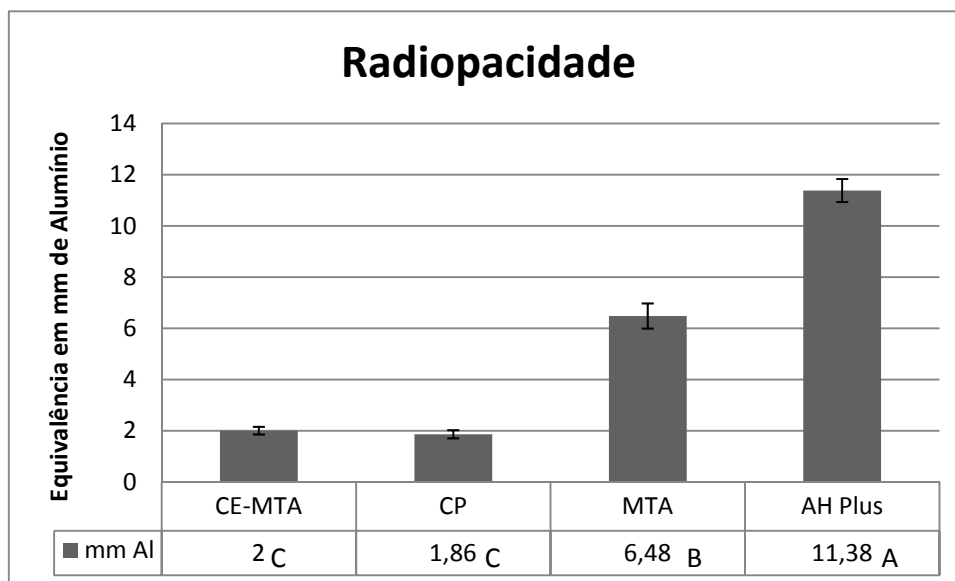


Figura 2: Médias e desvio-padrão dos valores de radiopacidade (mmAl) obtidas para os diferentes materiais. Letras iguais significam resultados semelhantes ($p>0,05$).

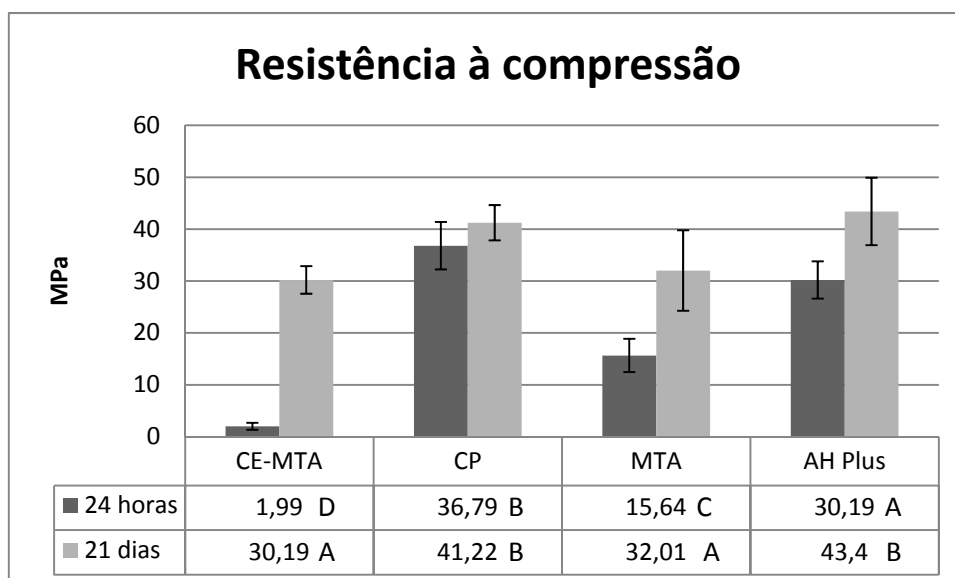


Figura 3: Resistência à compressão (MPa) nos testes de compressão. Letras iguais mostram médias sem diferença estatística ($p>0,05$) para cada período de tempo.

Discussão

Asgary et al. (8) estudaram o escoamento e tempo de presa do MTA comparado com um cimento Experimental(NEC) obtendo resultados favoráveis para seu uso como material retrobturador. O cimento experimental (CE-MTA) foi comparado ao cimento AHPlus uma vez que o mesmo tem como objetivo a indicação como cimento obturador. A comparação com MTA e cimento Portland foi realizada para observação da melhora de suas propriedades em relação aos materiais que servem de base para sua formulação. Bernardes et al. (4) avaliaram o escoamento do MTA Obtura, outro cimento experimental a base de MTA, indicado para obturação endodôntica, demonstrando para o material escoamento similar ao Sealer 26, mas inferior ao AHPlus.

O CE-MTA apresentou escoamento similar ao AHPlus, e bastante superior ao do MTA e Cimento de Portland. Foram adotadas duas formas de mensuração dos resultados. As duas técnicas mostraram resultados similares, sugerindo que a análise por meio da medida da área de escoamento pode ser utilizada, proporcionando maior efetividade de quantificação do escoamento dos materiais. A metodologia usada foi baseada na mensuração da área proposta por Tanomaru Filho et al. [20, 21] na avaliação da termoplastificação de guta-percha. Os resultados indicam que o Cimento experimental apresenta aumento de escoamento em relação ao MTA e Cimento Portland, igualando-se ao do AHPlus. [23]. O AHPlus apresenta escoamento adequado para os cimentos endodônticos (4), sendo portanto o resultados para o cimento experimental favoráveis.

O AHP apresentou uma excelente radiopacidade, confirmando resultados obtidos em outros estudos, assim como o MTA(20, 23), no entanto o cimento experimental apresentou resultados abaixo do esperado, apresentando radiopacidade semelhante ao cimento de portland.

Embora a radiopacidade do cimento experimental tenha sido comparativamente baixa, ainda assim é superior à densidade da dentina radicular(25), e similar a outros cimentos disponíveis no mercado, como Diaket® e Acroseal®(22). No entanto torna-se interessante a incorporação de maior quantidade de radiopacificador para melhora desta propriedade, permitindo que o cimento experimental se enquadre nas especificações da norma ISO 6876.

Os resultados do teste inicial de resistência à compressão foram reduzidos para o cimento experimental devido a sua presa lenta, o que fez com que o material sofresse uma deformação plástica sem ocorrer fratura. Este resultado pode ser considerado positivo se considerarmos preferível a deformação do material sem presença de linhas de fratura, porém apresentando resistência final adequada (30). A diferença de resistência entre o MTA e o Cimento Portland podem ser atribuídos à presença do óxido de bismuto (31), embora Saliba et al. (32) não tenha encontrado diferença entre o Cimento portland branco puro ou contendo até 30% de óxido de bismuto. Também esta diferença de resistência pode ser influenciada pelo tamanho de partícula dos cimentos.

O cimento experimental apresentou características favoráveis no ensaio de escoamento, apresentando resultados similares ao AHPlus, sendo estes superiores ao mínimo sugerido pela norma ISO 6876 (33) no teste de escoamento dos cimentos estudados e com características mecânicas consideradas positivas (34), apresentando resultados significativamente diferentes do MTA e do Cimento Portland. A radiopacidade do cimento experimental foi abaixo do exigido pela norma ISO 6876, sugerindo que modificações em sua formulação poderiam melhorar seu desempenho neste quesito. A resistência à compressão do CE-MTA foi similar ao cimento Portland no período de 21 dias, mostrando que após sua presa inicial seus resultados são satisfatórios. Desta forma podemos concluir que nos testes realizados neste estudo o material se apresenta potencial para uso como cimento endodôntico, embora mais estudos sejam necessários para recomendar seu uso clínico.

Refêrencias

1. Torabinejad M, White DJ, Inventors; Tooth filling material and method of use. United States of America patent 5,415,547. 1995 May 16, 1995.
2. Torabinejad M, Smith PW, Kettering JD, Pitt Ford TR. Comparative investigation of marginal adaptation of mineral trioxide aggregate and other commonly used root-end filling materials. *J Endod* 1995;21:295-299.
3. Torabinejad M, Parirokh M. Mineral trioxide aggregate: a comprehensive literature review--part II: leakage and biocompatibility investigations. *J Endod*;36:190-202.
4. Bernardes RA, de Amorim Campelo A, Junior DS, Pereira LO, Duarte MA, Moraes IG, et al. Evaluation of the flow rate of 3 endodontic sealers: Sealer 26, AH Plus, and MTA Obtura. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod*;109:e47-e49.
5. Jacobovitz M, Vianna ME, Pandolfelli VC, Oliveira IR, Rossetto HL, Gomes BP. Root canal filling with cements based on mineral aggregates: an in vitro analysis of bacterial microleakage. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod* 2009;108:140-144.
6. Tanomaru-Filho M, Chaves Faleiros FB, Sacaki JN, Hungaro Duarte MA, Guerreiro-Tanomaru JM. Evaluation of pH and calcium ion release of root-end filling materials containing calcium hydroxide or mineral trioxide aggregate. *J Endod* 2009;35:1418-1421.
7. Kogan P, He J, Glickman GN, Watanabe I. The effects of various additives on setting properties of MTA. *J Endod* 2006;32:569-572.

8. Asgary S, Shahabi S, Jafarzadeh T, Amini S, Kheirieh S. The properties of a new endodontic material. *J Endod* 2008;34:990-993.
9. Asgary S, Eghbal MJ, Parirokh M, Ghoddusi J, Kheirieh S, Brink F. Comparison of mineral trioxide aggregate's composition with Portland cements and a new endodontic cement. *J Endod* 2009;35:243-250.
10. Camilleri J. Modification of mineral trioxide aggregate. Physical and mechanical properties. *Int Endod J* 2008;41:843-849.
11. Sarkar NK, Caicedo R, Ritwik P, Moiseyeva R, Kawashima I. Physicochemical basis of the biologic properties of mineral trioxide aggregate. *J Endod* 2005;31:97-100.
12. Ber BS, Hatton JF, Stewart GP. Chemical modification of proroot mta to improve handling characteristics and decrease setting time. *J Endod* 2007;33:1231-1234.
13. Antunes Bortoluzzi E, Juarez Broon N, Antonio Hungaro Duarte M, de Oliveira Demarchi AC, Monteiro Bramante C. The use of a setting accelerator and its effect on pH and calcium ion release of mineral trioxide aggregate and white Portland cement. *J Endod* 2006;32:1194-1197.
14. Bortoluzzi EA, Broon NJ, Bramante CM, Garcia RB, de Moraes IG, Bernardineli N. Sealing ability of MTA and radiopaque Portland cement with or without calcium chloride for root-end filling. *J Endod* 2006;32:897-900.
15. Bortoluzzi EA, Broon NJ, Bramante CM, Felipe WT, Tanomaru Filho M, Esberard RM. The influence of calcium chloride on the setting time, solubility, disintegration, and pH of mineral trioxide aggregate and white Portland cement with a radiopacifier. *J Endod* 2009;35:550-554.

16. Tanomaru JM, Tanomaru-Filho M, Hotta J, Watanabe E, Ito IY. Antimicrobial activity of endodontic sealers based on calcium hydroxide and MTA. *Acta Odontol Latinoam* 2008;21:147-151.
17. Gomes-Filho JE, Watanabe S, Gomes AC, Faria MD, Lodi CS, Penha Oliveira SH. Evaluation of the effects of endodontic materials on fibroblast viability and cytokine production. *J Endod* 2009;35:1577-1579.
18. Gomes-Filho JE, Watanabe S, Bernabe PF, de Moraes Costa MT. A mineral trioxide aggregate sealer stimulated mineralization. *J Endod* 2009;35:256-260.
19. Gomes-Filho JE, Rodrigues G, Watanabe S, Estrada Bernabe PF, Lodi CS, Gomes AC, et al. Evaluation of the tissue reaction to fast endodontic cement (CER) and Angelus MTA. *J Endod* 2009;35:1377-1380.
20. 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;33:249-251.
21. Beyer-Olsen EM, Orstavik D. Radiopacity of root canal sealers. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol* 1981;51:320-328.
22. Baksi BG, Sen BH, Eyuboglu TF. Differences in aluminum equivalent values of endodontic sealers: conventional versus digital radiography. *J Endod* 2008;34:1101-1104.
23. Tanomaru-Filho M, da Silva GF, Duarte MA, Goncalves M, Tanomaru JM. Radiopacity evaluation of root-end filling materials by digitization of images. *J Appl Oral Sci* 2008;16:376-379.

24. Tanomaru-Filho M, Jorge EG, Tanomaru JM, Goncalves M. Evaluation of the radiopacity of calcium hydroxide- and glass-ionomer-based root canal sealers. *Int Endod J* 2008;41:50-53.
25. Vivan RR, Ordinola-Zapata R, Bramante CM, Bernardineli N, Garcia RB, Hungaro Duarte MA, et al. Evaluation of the radiopacity of some commercial and experimental root-end filling materials. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod* 2009;108:e35-38.
26. Wiltbank KB, Schwartz SA, Schindler WG. Effect of selected accelerants on the physical properties of mineral trioxide aggregate and Portland cement. *J Endod* 2007;33:1235-1238.
27. Tanomaru-Filho M, Bier CA, Tanomaru JM, Barros DB. Evaluation of the thermoplasticity of different gutta-percha cones and the TC system. *J Appl Oral Sci* 2007;15:131-134.
28. Tanomaru-Filho M, Silveira GF, Tanomaru JM, Bier CA. Evaluation of the thermoplasticity of different gutta-percha cones and Resilon. *Aust Endod J* 2007;33:23-26.
29. Islam I, Chng HK, Yap AU. Comparison of the physical and mechanical properties of MTA and portland cement. *J Endod* 2006;32:193-197.
30. Dietschi D, Duc O, Krejci I, Sadan A. Biomechanical considerations for the restoration of endodontically treated teeth: a systematic review of the literature--Part 1. Composition and micro- and macrostructure alterations. *Quintessence Int* 2007;38:733-743.
31. Coomaraswamy KS, Lumley PJ, Hofmann MP. Effect of bismuth oxide radioopacifier content on the material properties of an endodontic Portland cement-based (MTA-like) system. *J Endod* 2007;33:295-298.

32. Saliba E, Abbassi-Ghadi S, Vowles R, Camilleri J, Hooper S. Evaluation of the strength and radiopacity of Portland cement with varying additions of bismuth oxide. *Int Endod J* 2009;42:322-328.
33. International Standards Organization. Dental root canal sealing materials ISO 6876. Chicago: ISO copyright Office; 2001.
34. Versiani MA, Carvalho-Junior JR, Padilha MI, Lacey S, Pascon EA, Sousa-Neto MD. A comparative study of physicochemical properties of AH Plus and Epiphany root canal sealants. *Int Endod J* 2006;39:464-471.

Avaliação de pH, liberação de íons Cálcio e tempo de presa de um cimento endodôntico experimental à base de MTA.

CAPITULO 2

O Artigo será submetido ao periódico Oral Surgery, Oral Medicine, Oral Pathology, Oral Radiology and Endodontics.

Resumo

Objetivo: Um cimento endodôntico experimental (CE-MTA) foi desenvolvido para uso como cimento obturador de canal radicular, a partir de cimento Portland branco, radiopacificador, aditivos e veículo. O objetivo deste estudo foi avaliar a liberação de íons cálcio, alteração de pH e tempo de presa do cimento experimental, comparado com cimento Portland branco (CP), MTA Angelus (MTA) e AHPlus (AHP).

Método: O ensaio de tempo de presa foi baseado nas recomendações da norma 57 da ADA/ASTM, sendo avaliado por meio de corpos de prova de 2mm de altura e 10 mm de diâmetro, preenchidos pelos materiais (n=10), sendo usadas agulhas indentadoras (100g e 2mm de diâmetro de ponta para a presa inicial e 456g e 1mm de diâmetro de ponta para a presa final. Para a mensuração de pH e cálcio, os materiais (n=10) foram inseridos em tubos de polietileno com 1,5 mm de diâmetro e imersos em frascos com 10 mL de água destilada. A cada período experimental os tubos foram trocados de frasco, e as avaliações foram realizadas nos períodos de 3, 6, 12, 24 e 48 horas, 7, 14 e 28 dias. A mensuração do pH foi realizada por pHmetro digital e a liberação de íons Ca^{++} em espectrofotometria de absorção atômica. Os dados foram submetidos à ANOVA com 5% de significância e Tukey.

Resultados: O CE-MTA mostrou liberação de cálcio superior aos outros cimentos em todos os períodos experimentais, e pH mais elevado até o período de 48 horas, tendo resultados similares ao MTA e CP nos demais períodos de tempo. O CE-MTA mostrou

tempo de presa mais prolongado que o CP e o MTA, indicando características apropriadas para seu uso como cimento endodôntico.

Conclusão: O cimento experimental à base de MTA apresenta potencial de liberação de íons Cálcio e hidroxila, além de apresentar um tempo de presa prolongado, indicando que seu tempo de trabalho seria adequado para o uso endodôntico.

Introdução

O MTA apresenta uma excelente biocompatibilidade e capacidade de induzir a formação de tecido mineralizado sendo indicado para selamento de perfurações de furca e radiculares, retrobturações e apicificação^{1, 2}.

O MTA e cimento Portland têm sido usados como base para o desenvolvimento de novos cimentos ³⁻⁸, na busca de um cimento capaz de aliar a biocompatibilidade do MTA com as propriedades físicas, químicas e mecânicas ideais para utilização como cimento endodôntico. A propriedade biológica do MTA esta relacionada com seu pH alcalino e sua capacidade de liberar íons cálcio ^{9, 10}.

A bioatividade de um cimento endodôntico tem relação com a capacidade do material de liberar íons cálcio e manter seu pH elevado durante longo período de tempo ⁹. Assim, a liberação de íons cálcio e o pH alcalino estão frequentemente associadas a um

cimento endodôntico biológico^{8, 11, 12}, característica esta presente no MTA e no cimento Portland^{13, 14}.

O tempo de presa de um cimento endodôntico esta relacionado com sua aplicabilidade, visto que o cimento deve se manter com uma consistência aceitável durante toda a duração da etapa de obturação do sistema de canais radiculares. Bortoluzzi et al.¹⁵ estudaram a influencia de aditivos na presa do MTA, mostrando que esta característica do material pode ser modificada.

Baseado na proposta de materiais derivados do MTA e cimento Portland, um cimento endodôntico foi idealizado contendo cimento Portland, radiopacificador, aditivos e veículos. Assim, o objetivo deste estudo foi analisar o pH, liberação de íons cálcio e tempo de presa de um cimento endodôntico experimental à base de MTA (CE-MTA), comparado com MTA Branco (Angelus, Londrina, Brasil) , Cimento Portland Branco e AHPlus.

Materiais e método

Foram testados o cimento experimental à base de MTA (CE-MTA), cimento Portland (CP) (Cimento Portland Branco, CPB-40 estrutural Votoran, Votorantin cimentos, Camargo Correa Cimentos S.A., Pedro Leopoldo, MG, Brasil), MTA (MTA branco, Angelus, Londrina, Brasil) e AHPlus (Dentsply DeTrey, Konstanz, Alemanha) O cimento experimental foi manipulado na proporção 5:3 pó:líquido

determinada por testes prévios, e os demais cimentos de acordo com os fabricantes.

O tempo de presa seguiu a metodologia adotada por Bortoluzzi et al.¹⁵, com medições a cada 3 minutos durante a primeira meia hora, 5 minutos até as 2 horas, e 15 minutos desse período em diante, quando o cimento atingiu a presa inicial as medições continuaram sendo feitas até a presa final. Foram feitos 6 corpos de prova por cimento. A agulha Gilmore com massa de $100 \pm 0,5\text{g}$ e diâmetro de $2 \pm 0,1\text{mm}$ foi usada para o tempo de presa inicial e outra com $456 \pm 0,5\text{g}$ de massa e $1 \pm 0,1\text{ mm}$ de diâmetro na ponta, para o tempo de presa final. Foi considerada a presa inicial quando a agulha de presa inicial não produzia mais marcas na superfície do cimento, e final quando a agulha de presa final não produzia mais marcas na superfície do cimento.

Para os testes de pH e cálcio foram preparados 10 tubos padronizados preenchidos com cada material, cada tubo foi imerso em 10 ml de água destilada e mantido na estufa durante o período experimental, a cada período experimental os tubos foram retirados dos frascos e acondicionados em um novo frasco com 10 ml de água destilada. Os períodos experimentais foram 3, 6, 12, 24, 48 horas, 7, 14, 21 dias.

O pH das soluções foi medido imediatamente após o término dos períodos experimentais com um pHmetro Ultrabasic (Denver Instrument Company, Arvada, Colorado, USA) previamente calibrado..

A liberação de cálcio foi mensurada com um

espectrofotômetro de absorção atômica H1170 Hilger & Watts(Rank Precision Industries Ltd. Analytical Division, London, United Kingdom). A água destilada foi aspirada em uma câmara, mesclada com acetileno e um oxidante e queimada (altura da chama = 5 cm). A liberação de cálcio dos materiais foi quantificada usando uma lâmpada de catodo oco específica para cálcio (comprimento de onda = 422.7 nm e janela de 0,7 nm) operada a 20 mA. As leituras de cálcio foram comparadas com uma curva padrão, obtida com múltiplas diluições de cálcio P.A. em água ultra pura.

Os dados obtidos nos 3 experimentos foram submetidos à ANOVA com 5% de significância e Tukey.

Resultados

Os resultados da alteração do pH do meio estão representados na Tabela 1 e da liberação de cálcio na Tabela 2. O tempo de presa dos materiais esta detalhado na Figura 1.

Tabela 1: Médias e desvio-padrão dos valores de pH nos diferentes materiais e períodos, letras iguais no mesmo período de tempo significam resultados semelhantes ($p>0,05$).

	<i>CE-MTA</i>	<i>CP</i>	<i>MTA</i>	<i>AHPlus</i>
3 h	9,83 +/- 0,36 (A)	8,46 +/- 0,44 (B)	7,66 +/- 0,44 (C)	6,14 +/- 0,23 (D)
6 h	8,18 +/- 0,35 (A)	7,79 +/- 0,16 (B)	8,06 +/- 0,3 (B)	5,77 +/- 0,25 (C)
12 h	9,49 +/- 0,23 (A)	7,96 +/- 0,13 (B)	7,64 +/- 0,1 (B)	6,06 +/- 0,53 (C)
24 h	8,76 +/- 0,57 (A)	7,62 +/- 0,06 (B)	7,62 +/- 0,12 (B)	5,88 +/- 0,22 (C)
48 h	8,16 +/- 0,38 A)	7,67 +/- 0,08 (B)	7,66 +/- 0,14 (B)	6,04 +/- 0,54 (C)
7 d	7,97 +/- 0,19 (A)	7,82 +/- 0,15 (A)	8,00 +/- 0,17 (A)	4,97 +/- 0,66 (B)
14 d	7,90 +/- 0,17 (A)	7,82 +/- 0,13 (A)	8,00 +/- 0,15 (A)	4,96 +/- 0,65 (B)
28 d	8,08 +/- 0,23 (A)	8,23 +/- 0,1 (A)	8,10 +/- 0,14 (A)	7,49 +/- 0,45 (B)

Tabela 2: Médias e desvio-padrão dos valores de liberação de íons Cálcio (mg/l) para os diferentes materiais e períodos, letras iguais no mesmo período de tempo significam resultados semelhantes ($p>0,05$).

	CE-MTA	CP	MTA	AHplus
3 h	237,3 +/- 16,19 (A)	52,48 +/- 1,25 (B)	31,59 +/- 1,25 (C)	9,558 +/- 1,47 (D)
6 h	156 +/- 57,91 (A)	27,1 +/- 4,43 (B)	27,1 +/- 4,43 (B)	12 +/- 1,56 (B)
12 h	145,4 +/- 17,54 (A)	26,77 +/- 1,96 (B)	33,94 +/- 2,34 (B)	0,455 +/- 0,82 (C)
24 h	120,9 +/- 13,87 (A)	26,88 +/- 1,87 (B)	24,63 +/- 3,78 (B)	9,147 +/- 3,01 (C)
48 h	102,3 +/- 10,27 (A)	52,15 +/- 2,93 (B)	53,61 +/- 3,12 (B)	6,563 +/- 3,17 (C)
7 d	111,3 +/- 12,33 (A)	78,99 +/- 1,86 (B)	96,76 +/- 5,25 (C)	24,97 +/- 1,78 (D)
14 d	77,61 +/- 13,01 (A)	61,06 +/- 5,04 (B)	69,66 +/- 8,89 (B)	17,45 +/- 0,4 (C)
28 d	108,9 +/- 21,79 (A)	47,83 +/- 10,16 (B)	47,83 +/- 10,16 (B)	16,85 +/- 4,69 (C)

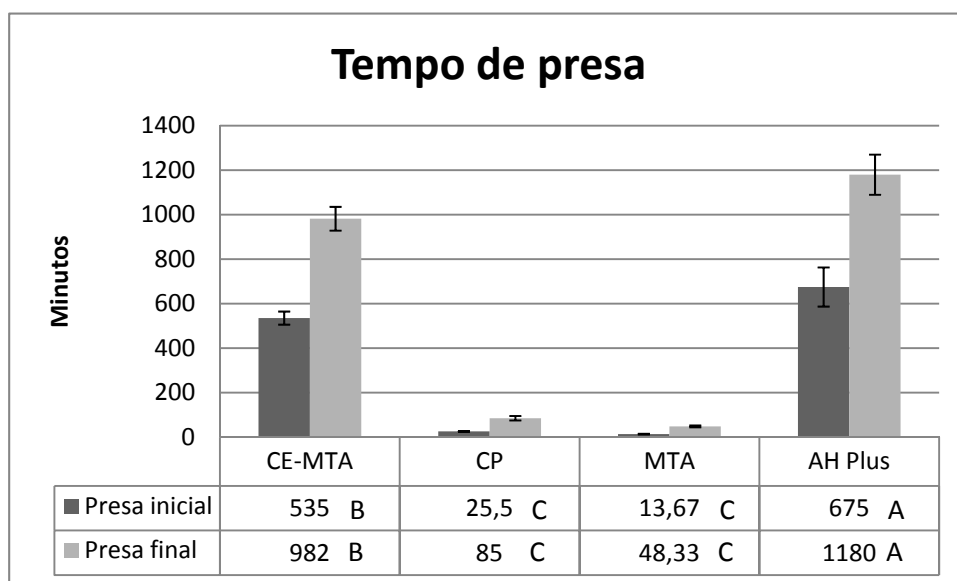


Figura 1: Tempo de presa (minutos) inicial e final nos testes de tempo de presa. Letras iguais mostram médias sem diferença estatística ($p > 0,05$) para presa inicial ou para presa final.

Discussão

A escolha dos materiais deste estudo foi realizada para comparação das propriedades do material experimental (CE-MTA) com o MTA e Cimento Portland em relação à liberação de cálcio e hidroxila^{13, 16}, uma vez que servem de base para a formulação do cimento experimental. O cimento experimental foi comparado ao cimento AH Plus em função da sua indicação como cimento obturador. O AHPlus apresenta excelentes propriedades físicas e

mecânicas ¹⁷, tais como escoamento, tempo de trabalho, tempo de presa e solubilidade.

Santos et al. ⁸ testaram a liberação de cálcio e alteração do pH usando MTA e um cimento experimental à base de MTA. Foi constatado que a quantidade de cálcio detectada pelo espectrofotômetro é equivalente a condutividade da água, sugerindo que grande parte desse cálcio é liberado na forma iônica.

A liberação de cálcio do cimento experimental foi superior ao MTA e Cimento Portland, com exceção do período de 14 dias, possivelmente em função do acréscimo de aditivos ao material. O uso de aditivos ao MTA pode favorecer estas propriedades, conforme demonstrado por Tanomaru Filho et al. ¹⁶, avaliando um cimento que contém MTA (Endo CPM Sealer), e Bortoluzzi et al. ¹³ em relação aos efeitos do acréscimo do cloreto de cálcio ao MTA. A liberação de cálcio pelo AHPlus pode ser creditada a sua dissolução, liberando tungstato de cálcio no meio, e seu pH ácido ao óxido de zircônio

O pH do cimento experimental foi significativamente superior até o período de 48 horas, mantendo-se estatisticamente igual ao MTA e cimento Portland nos períodos posteriores, indicando que o material apresenta satisfatória capacidade de liberação de íons hidroxila.

Em 2005 Santos et al. ⁸ avaliaram o pH e cálcio de um cimento experimental à base de cimento Portland (CER) comparado

ao MTA. Os autores constataram que ambos os cimentos possuem uma grande liberação de cálcio e alteração do pH nas primeiras 24 horas, com diminuição posterior, o que não foi observado neste estudo.

Duarte et al.¹², em 2000, demonstraram que cimentos à base de resina epóxica podem liberar compostos hidrossolúveis quando imersos em água, demonstrando liberação de cálcio pelo cimento Sealer 26, à base de resina epóxica. O cimento experimental apresenta também alterações no pH e liberação de cálcio mesmo contendo aditivos resinosos. Esta propriedade de liberação de cálcio e pH alcalino está diretamente relacionada com a biocompatibilidade do material segundo Sarkar et al.⁹, Holland et al.¹⁰ e Estrela et al.¹⁸.

A avaliação do tempo de presa inicial e final demonstram resultados similares para o cimento experimental e AHplus, resultados favoráveis, considerando-se que o tempo de presa de um cimento endodôntico deve ser suficiente para permitir a inserção do material e realização da técnica de obturação¹⁹. A diferença observada entre os tempos de presa inicial e final do MTA comparado ao Cimento Portland pode ser atribuída à proporção pó:líquido utilizada, que varia entre 1:0,26¹⁵ a 1:0,4¹³, e à presença do radiopacificador óxido de bismuto no MTA. O tempo de presa inicial do AHPlus foi similar ao observado por Versiani et al.¹⁷. Os tempos de presa do MTA branco Angelus e do Cimento Portland branco são menores que os obtidos por Islam et al.²⁰, mas semelhantes aos encontrados por Bortoluzzi et al.¹⁵. Este fato pode estar relacionado ao uso de diferentes marcas de MTA, pois o ProRoot MTA contém

sulfato de cálcio em sua formulação, que atua como retardador de presa, componente ausente da formulação do MTA branco Angelus.

Wiltbank et al.²¹ compararam o tempo de presa do cimento Portland, MTA e MTA branco puros e acrescidos de nitrato de cálcio, cloreto de cálcio e formato de cálcio, observando que todos os aditivos reduziram o tempo de presa dos materiais, com exceção do MTA branco com nitrato de cálcio. Ber et al.²² concluíram que 1 e 2% de metil celulose associada com 2% de cloreto de cálcio reduziram significativamente o tempo de presa do material, sem alterar sua resistência à compressão significativamente.

Baseado na metodologia empregada no estudo, conclui-se que o cimento experimental à base de MTA proporciona liberação de íons cálcio e hidroxila, e tempo de presa condizente com seu uso clínico. O cimento experimental apresenta bom potencial para estimular o reparo em contato com tecidos, com potencial de indução de mineralização. Mais estudos são necessários para indicar o uso clínico do cimento experimental.

Referências

- 1.Torabinejad M, Parirokh M. Mineral trioxide aggregate: a comprehensive literature review--part II: leakage and biocompatibility investigations. J Endod Feb;36:190-202.
- 2.Parirokh M, Torabinejad M. Mineral trioxide aggregate: a comprehensive literature review--Part I: chemical, physical, and antibacterial properties. J Endod Jan;36:16-27.
- 3.Tanomaru JM, Tanomaru-Filho M, Hotta J, Watanabe E, Ito IY. Antimicrobial activity of endodontic sealers based on calcium hydroxide and MTA. Acta Odontol Latinoam 2008;21:147-51.
- 4.Jacobovitz M, Vianna ME, Pandolfelli VC, Oliveira IR, Rossetto HL, Gomes BP. Root canal filling with cements based on mineral aggregates: an in vitro analysis of bacterial microleakage. Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod 2009 Jul;108:140-4.
- 5.Kogan P, He J, Glickman GN, Watanabe I. The effects of various additives on setting properties of MTA. J Endod 2006 Jun;32:569-72.
- 6.Asgary S, Shahabi S, Jafarzadeh T, Amini S, Kheirieh S. The properties of a new endodontic material. J Endod 2008 Aug;34:990-3.

- 7.Asgary S, Eghbal MJ, Parirokh M, Ghoddusi J, Kheirieh S, Brink F. Comparison of mineral trioxide aggregate's composition with Portland cements and a new endodontic cement. J Endod 2009 Feb;35:243-50.
- 8.Santos AD, Moraes JC, Araujo EB, Yukimitu K, Valerio Filho WV. Physico-chemical properties of MTA and a novel experimental cement. Int Endod J 2005 Jul;38:443-7.
- 9.Sarkar NK, Caicedo R, Ritwik P, Moiseyeva R, Kawashima I. Physicochemical basis of the biologic properties of mineral trioxide aggregate. J Endod 2005 Feb;31:97-100.
- 10.Holland R, de Souza V, Nery MJ, Otoboni Filho JA, Bernabe PF, Dezan Junior E. Reaction of rat connective tissue to implanted dentin tubes filled with mineral trioxide aggregate or calcium hydroxide. J Endod 1999 Mar;25:161-6.
- 11.Leonardo MR, Silva LA, Utrilla LS, Assed S, Ether SS. Calcium hydroxide root canal sealers--histopathologic evaluation of apical and periapical repair after endodontic treatment. J Endod 1997 Jul;23:428-32.
- 12.Duarte MA, Demarchi AC, Giaxa MH, Kuga MC, Fraga SC, de Souza LC. Evaluation of pH and calcium ion release of three root canal sealers. J Endod 2000 Jul;26:389-90.

13. Antunes Bortoluzzi E, Juarez Broon N, Antonio Hungaro Duarte M, de Oliveira Demarchi AC, Monteiro Bramante C. The use of a setting accelerator and its effect on pH and calcium ion release of mineral trioxide aggregate and white Portland cement. *J Endod* 2006 Dec;32:1194-7.
14. Torabinejad M, Hong CU, McDonald F, Pitt Ford TR. Physical and chemical properties of a new root-end filling material. *J Endod* 1995 Jul;21:349-53.
15. Bortoluzzi EA, Broon NJ, Bramante CM, Felipe WT, Tanomaru Filho M, Esberard RM. The influence of calcium chloride on the setting time, solubility, disintegration, and pH of mineral trioxide aggregate and white Portland cement with a radiopacifier. *J Endod* 2009 Apr;35:550-4.
16. Tanomaru-Filho M, Chaves Faleiros FB, Sacaki JN, Hungaro Duarte MA, Guerreiro-Tanomaru JM. Evaluation of pH and calcium ion release of root-end filling materials containing calcium hydroxide or mineral trioxide aggregate. *J Endod* 2009 Oct;35:1418-21.
17. Versiani MA, Carvalho-Junior JR, Padilha MI, Lacey S, Pascon EA, Sousa-Neto MD. A comparative study of physicochemical properties of AH Plus and Epiphany root canal sealants. *Int Endod J* 2006;39:464-71.
18. Estrela C, Sydney GB, Bammann LL, Felipe Junior O. Mechanism of action of calcium and hydroxyl ions of calcium hydroxide on tissue and bacteria. *Braz Dent J* 1995;6:85-90.

19. McMichen FR, Pearson G, Rahbaran S, Gulabivala K. A comparative study of selected physical properties of five root-canal sealers. *Int Endod J* 2003 Sep;36:629-35.
20. Islam I, Chng HK, Yap AU. Comparison of the physical and mechanical properties of MTA and portland cement. *J Endod* 2006 Mar;32:193-7.
21. Wiltbank KB, Schwartz SA, Schindler WG. Effect of selected accelerants on the physical properties of mineral trioxide aggregate and Portland cement. *J Endod* 2007 Oct;33:1235-8.
22. Ber BS, Hatton JF, Stewart GP. Chemical modification of proroot mta to improve handling characteristics and decrease setting time. *J Endod* 2007 Oct;33:1231-4.

CONSIDERAÇÕES FINAIS

CONSIDERAÇÕES FINAIS

O cimento experimental apresentou escoamento similar ao AHPlus ($P > 0,05$), e ambos foram superiores ao MTA e ao Cimento Portland ($P < 0,05$). O cimento experimental e o AHPlus superaram as exigências da norma ISO 6876.

O cimento experimental apresentou tempo de presa inicial maior que o Cimento Portland e MTA e menor que o AHPlus ($P < 0,05$). O tempo de presa final foi mais prolongado que o Cimento Portland e MTA e menor que o AHPlus ($P < 0,05$), sendo compatíveis com seu uso na obturação dos canais radiculares.

O cimento experimental apresenta baixa resistência à compressão no período de 24 horas, inferior aos outros materiais testados ($P < 0,05$), sem sofrer fratura, apresentando deformação plástica. A resistência à compressão no período de 21 dias foi similar ao MTA ($P > 0,05$) e inferior ao Cimento Portland e AHPlus ($P < 0,05$).

O cimento experimental apresentou radiopacidade inferior ao AHPlus e MTA ($P < 0,05$), sendo equivalente ao Cimento Portland ($P > 0,05$).

O cimento experimental foi desenvolvido para uso como cimento endodôntico, devendo, portanto, se adaptar aos requisitos básicos para esta finalidade. Para isso o AH Plus foi usado como material comparativo, cimento bastante discutido na literatura, e que apresenta resultados considerados positivos. Além do AH Plus, o MTA, cimento reparador que apresenta excelentes resultados biológicos, e cuja formulação serve de base para a confecção do cimento experimental foi utilizado. Foi escolhido ainda o cimento Portland, principal constituinte do MTA, e base para a elaboração do cimento experimental, que ainda possui radiopacificador, aditivos e um veículo que lhe permite obter características similares aos cimentos endodônticos.

O tempo de presa de um cimento endodôntico deve permitir que o material seja manipulado, inserido na cavidade e seja realizada a técnica obturadora de escolha (30). Nesse quesito o cimento experimental apresentou resultados próximos aos do AH Plus, e embora seus tempos de presa inicial e final tenham sido inferiores. Da mesma forma, o tempo de presa final foi um pouco inferior ao AH Plus, não devendo comprometer o seu emprego clínico.

O escoamento do cimento experimental foi similar ao do AH Plus, e superior ao mínimo definido pela norma ISO 6876. Desta forma, podemos deduzir que além de apresentar uma consistência agradável que permite um bom manuseio durante a fase de obturação, o cimento experimental possui a capacidade de se adaptar e preencher as irregularidades do sistema de canais radiculares, característica fundamental para um cimento endodôntico.

A resistência à compressão do cimento experimental foi similar ao MTA no período de 21 dia, demonstrando que o material torna-se rígido e apresenta adequada resistência após presa final.

A capacidade de liberar cálcio e manter um pH básico estão freqüentemente associadas com capacidade antimicrobiana e indução do selamento biológico por bioatividade do material. Os excelentes resultados biológicos do MTA são muitas vezes atribuídos a essas propriedades (4, 14). Neste estudo o cimento experimental apresentou bons resultados em ambos os testes, sendo superior ou similar ao MTA e ao cimento Portland nos períodos de tempo avaliados.

A radiopacidade é considerada um fator fundamental para a preservação do caso, auxiliando inclusive na previsibilidade do tratamento (33, 34). O cimento experimental apresentou uma baixa radiopacidade. Porém, esta característica pode ser melhorada com alterações em sua formulação quanto ao radiopacificador. No entanto cabe ressaltar que o cimento experimental apresentou resultados superiores à dentina radicular e outros cimentos disponíveis no mercado (35, 36), mostrando que apesar de melhoras nesse sentido serem favoráveis, essa característica não contra indica seu uso clínico.

REFERÊNCIAS

REFERÊNCIAS*

1. Antunes Bortoluzzi E, Juarez Broon N, Antonio Hungaro Duarte M, de Oliveira Demarchi AC, Monteiro Bramante C. The use of a setting accelerator and its effect on pH and calcium ion release of mineral trioxide aggregate and white Portland cement. *J Endod.* 2006; 32: 1194-7.
2. Asgary S, Shahabi S, Jafarzadeh T, Amini S, Kheirieh S. The properties of a new endodontic material. *J Endod.* 2008; 34: 990-3.
3. Asgary S, Eghbal MJ, Parirokh M, Ghoddusi J, Kheirieh S, Brink F. Comparison of mineral trioxide aggregate's composition with Portland cements and a new endodontic cement. *J Endod.* 2009; 35: 243-50.
4. Baksi BG, Sen BH, Eyuboglu TF. Differences in aluminum equivalent values of endodontic sealers: conventional versus digital radiography. *J Endod.* 2008; 34: 1101-4.
5. Ber BS, Hatton JF, Stewart GP. Chemical modification of proroot mta to improve handling characteristics and decrease setting time. *J Endod.* 2007; 33: 1231-4.
6. Bernabe PF, Holland R, Morandi R, de Souza V, Nery MJ, Otoboni Filho JA, et al. Comparative study of MTA and other materials in retrofilling of pulpless dogs' teeth. *Braz Dent J.* 2005; 16: 149-55.
7. Bernardes RA, de Amorim Campelo A, Junior DS, Pereira LO, Duarte MA, Moraes IG, et al. Evaluation of the flow rate of 3 endodontic sealers: Sealer 26, AH Plus, and MTA Obtura. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod.* 109: e47-9.

8. Beyer-Olsen EM, Orstavik D. Radiopacity of root canal sealers. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol.* 1981; 51: 320-8.
9. Bortoluzzi EA, Broon NJ, Bramante CM, Garcia RB, de Moraes IG, Bernardineli N. Sealing ability of MTA and radiopaque Portland cement with or without calcium chloride for root-end filling. *J Endod.* 2006; 32: 897-900.
10. Bortoluzzi EA, Broon NJ, Bramante CM, Felipe WT, Tanomaru Filho M, Esberard RM. The influence of calcium chloride on the setting time, solubility, disintegration, and pH of mineral trioxide aggregate and white Portland cement with a radiopacifier. *J Endod.* 2009; 35: 550-4.
11. Camilleri J, Montesin FE, Di Silvio L, Pitt Ford TR. The chemical constitution and biocompatibility of accelerated Portland cement for endodontic use. *Int Endod J.* 2005; 38: 834-42.
12. Camilleri J. The physical properties of accelerated Portland cement for endodontic use. *Int Endod J.* 2008; 41: 151-7.
13. Camilleri J. Modification of mineral trioxide aggregate. Physical and mechanical properties. *Int Endod J.* 2008; 41: 843-9.
14. Coomaraswamy KS, Lumley PJ, Hofmann MP. Effect of bismuth oxide radioopacifier content on the material properties of an endodontic Portland cement-based (MTA-like) system. *J Endod.* 2007; 33: 295-8.
15. Dietschi D, Duc O, Krejci I, Sadan A. Biomechanical considerations for the restoration of endodontically treated teeth: a systematic review of the literature--Part 1. Composition and micro- and macrostructure alterations. *Quintessence Int.* 2007; 38: 733-43.

16. Duarte MA, Demarchi AC, Giaxa MH, Kuga MC, Fraga SC, de Souza LC. Evaluation of pH and calcium ion release of three root canal sealers. J Endod. 2000; 26: 389-90.
17. Gomes-Filho JE, Rodrigues G, Watanabe S, Estrada Bernabe PF, Lodi CS, Gomes AC, et al. Evaluation of the tissue reaction to fast endodontic cement (CER) and Angelus MTA. J Endod. 2009; 35: 1377-80.
18. Gorduysus M, Avcu N, Gorduysus O, Pekel A, Baran Y, Avcu F, et al. Cytotoxic effects of four different endodontic materials in human periodontal ligament fibroblasts. J Endod. 2007; 33: 1450-54.
19. Huang TH, Shie MY, Kao CT, Ding SJ. The effect of setting accelerator on properties of mineral trioxide aggregate. J Endod. 2008; 34: 590-3.
20. Jacobovitz M, Vianna ME, Pandolfelli VC, Oliveira IR, Rossetto HL, Gomes BP. Root canal filling with cements based on mineral aggregates: an in vitro analysis of bacterial microleakage. Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod. 2009; 108: 140-4.
21. Kim S, Kratchman S. Modern endodontic surgery concepts and practice: a review. J Endod. 2006; 32: 601-23.
22. Kogan P, He J, Glickman GN, Watanabe I. The effects of various additives on setting properties of MTA. J Endod. 2006; 32: 569-72.
23. Leonardo MR, Silva LA, Utrilla LS, Assed S, Ether SS. Calcium hydroxide root canal sealers--histopathologic evaluation of apical and periapical repair after endodontic treatment. J Endod. 1997; 23:428-32.

24. 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: 629-35.
25. Parirokh M, Torabinejad M. Mineral trioxide aggregate: a comprehensive literature review--Part I: chemical, physical, and antibacterial properties. *J Endod*. 2010; 36:16-27.
26. Saliba E, Abbassi-Ghadi S, Vowles R, Camilleri J, Hooper S. Evaluation of the strength and radiopacity of Portland cement with varying additions of bismuth oxide. *Int Endod J*. 2009; 42: 322-8.
27. Santos AD, Moraes JC, Araujo EB, Yukimitu K, Valerio Filho WV. Physico-chemical properties of MTA and a novel experimental cement. *Int Endod J*. 2005; 38: 443-7.
28. Santos AD, Araujo EB, Yukimitu K, Barbosa JC, Moraes JC. Setting time and thermal expansion of two endodontic cements. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod*. 2008; 106: e77-9.
29. Sarkar NK, Caicedo R, Ritwik P, Moiseyeva R, Kawashima I. Physicochemical basis of the biologic properties of mineral trioxide aggregate. *J Endod*. 2005; 31: 97-100.
30. Siqueira JF, Jr., Rocas IN, Abad EC, Castro AJ, Gahyva SM, Favieri A. Ability of three root-end filling materials to prevent bacterial leakage. *J Endod*. 2001; 27: 673-5.
31. Tanomaru-Filho M, Luis MR, Leonardo MR, Tanomaru JM, Silva LA. Evaluation of periapical repair following retrograde filling with different root-end filling materials in dog teeth with periapical lesions. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod*. 2006; 102: 127-32.

32. 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: 249-51.
33. Tanomaru JM, Tanomaru-Filho M, Hotta J, Watanabe E, Ito IY. Antimicrobial activity of endodontic sealers based on calcium hydroxide and MTA. *Acta Odontol Latinoam*. 2008; 21: 147-51.
34. Torabinejad M, White DJ, Inventors; Tooth filling material and method of use. United States of America patent n. 5,415,547. 1995 May 16.
35. Versiani MA, Carvalho-Junior JR, Padilha MI, Lacey S, Pascon EA, Sousa-Neto MD. A comparative study of physicochemical properties of AH Plus and Epiphany root canal sealants. *Int Endod J*. 2006; 39: 464-71.
36. Vivan RR, Ordinola-Zapata R, Bramante CM, Bernardineli N, Garcia RB, Hungaro Duarte MA, et al. Evaluation of the radiopacity of some commercial and experimental root-end filling materials. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod*. 2009; 108: e35-8.

Autorizo a reprodução deste trabalho.
(Direitos de publicação reservados ao autor)

Araraquara, 28 de março de 2010

Santiago Massi