

UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA
Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira
Departamento de Física e Química
Pós-Graduação em Ciência dos Materiais

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO

**“INFLUÊNCIA DO TAMANHO DE PARTÍCULAS NAS
PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS DO CIMENTO
ENDODÔNTICO CER”**

Erick Fazanha Zagato

Orientador: Prof. Dr. João Carlos Silos Moraes

Dissertação apresentada à
Faculdade de Engenharia do
Campus de Ilha Solteira – SP,
Universidade Estadual Paulista –
UNESP, Departamento de Física e
Química, como parte das exigências
para obtenção do Título de Mestre
em Ciência dos Materiais.

Ilha Solteira – SP
2006

Influência do tamanho de partículas nas propriedades físico-químicas do cimento endodôntico CER

Erick Fazanha Zagato

DISSERTAÇÃO SUBMETIDA À FACULDADE DE ENGENHARIA DO
CAMPUS DE ILHA SOLTEIRA - UNESP - COMO PARTE DOS
REQUISITOS NECESSÁRIOS PARA OBTENÇÃO DO TÍTULO DE
MESTRE EM CIÊNCIA DOS MATERIAIS

COMISSÃO EXAMINADORA:

Prof. Dr. *João Carlos Silos Moraes* – orientador

Prof. Dr. *Sandro Márcio Lima*

Prof. Dr. *Cláudio Luiz Carvalho*

Ilha Solteira – SP, Janeiro de 2006.

Dedicatória

A **Deus** que nos enviou seu filho **Jesus Cristo** para nos redimir de nossos pecados com sua infinita misericórdia, e nos mostrou a verdadeira luz para o caminho.

Aos meus pais, **Ademir e Cléia**, pelo amor, carinho, incentivo e esforços para que eu pudesse chegar até aqui.

À minha esposa **Priscila** pela paciência, compreensão e cumplicidade. Agradeço a Deus por ter te colocado no meu caminho. Eu te amo.

As minhas irmãs **Karine e Karoline** pelo carinho, amizade e amor. Que a família esteja sempre unida, sobretudo nos momentos de dificuldade.

Agradecimentos

“Ser mestre não é apenas lecionar. Ensinar não é só transmitir matéria. Ser mestre é ser humano e amigo, guia e companheiro, é caminhar com o aluno, passo a passo. É transmitir a este o segredo da caminhada. Ser mestre é ser exemplo; exemplo de dedicação, de doação, de dignidade pessoal e sobretudo de amor.”

Meu carinho e gratidão ao mestre professor **João Carlos Silos Moraes** que aceitou o desafio de me orientar sendo eu de uma formação profissional tão diversa a sua. Soube respeitar os meus limites e com muita tranquilidade conduziu nossos trabalhos. Reconheço a sua valiosa influência em minha formação.

Aos professores do Departamento de Física e Química, em especial aos professores **Cláudio Luiz Carvalho, Victor Ciro Solano Reynoso, Laércio Caetano, José Antônio Malmonge e Luiz Francisco Malmonge.**

Ao professor **Ruís Camargo Tokimatsu**, pela gentileza de ter nos emprestado o aparelho TMDE para medidas de expansão térmica.

Aos professores **Mauro Luciano Baesso e Antonio Carlos Bento** da Faculdade Estadual de Maringá pela colaboração nas medidas de difusividade e condutividade térmica.

Ao tio **Euler Barreto Jr.** pela colaboração nos ensaios de extensometria, obrigado pelo carinho e amizade.

Ao amigo **Alaílson** que esteve sempre presente me ajudando e colaborando em algumas medidas.

Aos amigos e companheiros **Raphael Peruzzi e Augusto Santos** pela colaboração nos trabalhos, eterna gratidão.

Aos alunos de pós-graduação que caminharam juntos comigo nesta jornada, **Renato, Vabson, Elio, Reginaldo, Patrícia, Michela, Renata, Giovana, Wiliam, Cléber e Leandro**, pela amizade sincera conquistada.

A todos os meus amigos que contribuem de alguma forma para o meu crescimento pessoal, que eu aprenda a cada dia respeitar as diferenças existentes entre nós.

Aos técnicos **Gilberto Antonio de Brito, Marli Espizera Simões e Mara Regina de Oliveira Silva** pela atenção e prontidão com os quais me atenderam.

Ao **João Josué Barbosa** pela ajuda com as referências bibliográficas.

As secretárias do Departamento de Física e Química, **Nancy de Fátima Villela e Rosemary Galana Gerlim**, pelo apoio, atenção e carinho.

RESUMO

Desde 1993, o *mineral trioxide aggregate* tem sido amplamente investigado e os resultados confirmam que ele possui excelentes propriedades físicas, químicas e biológicas. Apesar do sucesso e uso deste cimento, duas dificuldades têm sido apontadas pelos profissionais: o difícil manuseio e tempo de presa muito longo. Recentemente, um novo cimento endodôntico, intitulado CER, foi desenvolvido no laboratório do grupo Vidros e Cerâmicas. A inclusão de uma emulsão em sua composição deu ao cimento uma extraordinária consistência de trabalho e uma acentuada redução no tempo de presa. O primeiro estudo com o material mostrou que o CER tem a mesma habilidade de liberar íons que o *mineral trioxide aggregate*. Como continuidade na caracterização do CER, este trabalho apresenta resultados obtidos com o estudo do efeito do tamanho de partículas do pó de cimento no tempo de presa e na expansão térmica, e um estudo comparativo de infiltração marginal entre o CER e o MTA-Angelus.

ABSTRACT

Since 1993, the mineral trioxide aggregate has been widely investigated and the results confirm that it has excellent physical, chemical, and biologic properties. In spite of this, one of the difficulties reported by clinicians when using MTA is its poor handling characteristic and lengthy setting time. Recently, a novel endodontic cements, entitled CER, it was developed in the laboratory of the Glasses and Ceramic group. The inclusion of an emulsion in its composition gave to it an extraordinary handling and one accentuated reduction in the setting time as compared to MTA. The first study with the material showed that CER has the same ability to release ions than the mineral trioxide aggregate. This work presents results obtained from study of effects of particle size of the CER cement powder on setting time and thermal expansion, and from a comparative study of sealing ability between CER and MTA-Angelus.

Lista de figuras

Figura 1: Desenho esquemático de um dente em corte transversal mostrando suas estruturas.	17
Figura 2: Interface dente/material selador. A ampliação ressalta o caminho mais provável por onde podem ocorrer infiltrações.	20
Figura 3: Extensômetro	22
Figura 4: Ponte de Wheatstone.	23
Figura 5: Circuito meia ponte utilizado no estudo de expansão térmica.....	25
Figura 6: Poço de energia potencial mostrando a relação entre energia vibracional e a distância interatômica: (a) potencial anarmônico quântico; (b) potencial clássico de um sistema massa-mola.....	26
Figura 7: Lima tipo Kerr utilizada para preparação de canais.....	30
Figura 8: Lima tipo Kerr no interior do canal	30
Figura 9: Esquema representando o tratamento do canal com obturação retrograda: (A) cimento selador; (B) parte do dente seccionada onde é feita a análise de infiltração e (C) Guta-percha com cimento óxido de zinco e eugenol.	33
Figura 10: Sistema utilizado para medidas de expansão térmica.....	35
Figura 11: Tempo de presa em função do tamanho de partículas.	36
Figura 12: Expansão térmica em função da temperatura para cada intervalo de tamanho de partículas	40
Figura 13: Condutividade e difusividade térmica em função do intervalo de tamanho das partículas	41

Lista de tabelas

Tabela 1: Tempo de presa do cimento CER em função do tamanho das partículas.	37
Tabela 2: Infiltração marginal dos cimentos MTA-Angelus e CER	38
Tabela 3: Coeficiente de expansão térmica linear (α) do cimento CER em função do tamanho das partículas.	40

Sumário

1. INTRODUÇÃO	12
2. FUNDAMENTOS TEÓRICOS	16
2.1. TEMPO DE PRESA	17
2.2. INFILTRAÇÃO MARGINAL.....	19
2.3. EXTENSOMETRIA	21
3. MATERIAIS E MÉTODOS.....	28
3.1. TEMPO DE PRESA	28
3.2. INFILTRAÇÃO MARGINAL.....	29
3.3. EXPANSÃO TÉRMICA	33
4. RESULTADOS E DISCUSSÃO	36
4.1. TEMPO DE PRESA	36
4.2 INFILTRAÇÃO MARGINAL.....	38
4.3 EXPANSÃO TÉRMICA	39
5. CONCLUSÃO	43
6. REFERÊNCIAS	45
7. ANEXO 1.....	50

1. INTRODUÇÃO

A endodontia é um campo da odontologia que diz respeito à morfologia, fisiologia e patologia da polpa dental humana e dos tecidos periapicais¹. Até antes da descoberta dos raios X, por Röntgen em 1895, o tratamento endodôntico era apenas para aliviar a dor, sendo sem bases sólidas e totalmente empírico. De 1910 a 1929 surge a teoria da infecção focal, quando se acreditava que os dentes infeccionados causavam distúrbios à distância², ou seja, em outros órgãos. Entre 1930 a 1959, as pesquisas em endodontia se intensificaram com o surgimento de novos estudiosos e pesquisadores, colaborando com a odontologia. Em 1943, em Chicago, inicia-se um movimento para o estabelecimento de uma técnica, tanto quanto possível, asséptica e atraumática, destinada ao tratamento dos canais radiculares. Na década de 60, os princípios biológicos fundamentais da técnica de tratamento e obturação dos canais radiculares firmaram-se cada vez mais em bases sólidas e acessíveis a todos os membros da comunidade odontológica¹. Atualmente a indústria de materiais odontológicos oferece uma gama enorme de materiais e instrumental endodôntico, e as técnicas estão sendo aperfeiçoadas a cada dia, possibilitando a endodontia desempenhar um importante papel preventivo, no sentido de evitar a perda total do elemento dental.

Ultimamente, um dos materiais mais estudados na endodontia é o agregado trióxido mineral (MTA), por ser um excelente selador endodôntico, ou seja, por proporcionar um ótimo selamento das comunicações entre o meio interno e externo do dente, além de apresentar outras excelentes propriedades. É utilizado em casos de reparo de reabsorção radicular^{*}, reparo de perfuração radicular e de furca[†], apicificação[‡], pulpotomia[§], capeamento pulpar direto^{**} e retrobturação^{††}. Através dos tempos, muitos materiais foram empregados para este fim como, por exemplo, IRM^{‡‡}, amálgama e ionômero de vidro. O MTA surgiu no início dos anos 90, como um material experimental desenvolvido pelo pesquisador Mahmoud Torabinejad, na Universidade de Loma Linda – Califórnia, Estados Unidos³. Em 1998, o MTA foi avaliado e aprovado pela FDA (U.S. Food and Drugs Administration) e lançado comercialmente, em 1999, como ProRoot MTA[®] (Dentsply Tulsa Dental, Oklahoma-USA). O cimento é composto principalmente de silicato tricálcico, silicato dicálcico, aluminato tricálcico, ferroaluminato tetracálcico, óxido de bismuto e sulfato de cálcio di-hidratado. Em 1999, Wucherpfening & Green⁴ afirmaram, através de dados de difração de raios-X, que o MTA era

* Reabsorção interna da raiz causada por alguma agressão.

† Perfuração causada por algum acidente ou negligência do profissional.

‡ Tratamento destinado a dentes jovens com ápice incompleto que tiveram suas polpas lesadas.

§ Tratamento que remove apenas a porção da polpa que está na parte coronal.

** Capeamento da polpa exposta em cavidades extensas.

†† Obturação do canal via ápice radicular.

‡‡ Material restaurador intermediário.

quase idêntico ao cimento Portland. Outros trabalhos como de Holland et al.⁵ e Estrela et al.⁶ vieram reforçar esta afirmação. No Brasil, a empresa Angelus soluções odontológicas, da cidade de Londrina-PR, lançou no mercado um MTA nacional com a denominação de MTA-Angelus[®]. A composição deste cimento é basicamente a mesma do MTA americano, com exceção do sulfato de cálcio que foi excluído de sua fórmula.

Um material selador endodôntico ideal deve preencher alguns requisitos, tais como, biocompatibilidade, trabalhabilidade ou facilidade de manuseio, estabilidade dimensional, radiopacidade, selabilidade, baixa solubilidade nos fluídos teciduais, promover ou induzir regeneração tecidual, tempo de presa adequado e ser antimicrobiano. O MTA tem se apresentado como o material que possui a maioria destes requisitos, no entanto, as dificuldades encontradas pelos profissionais no seu emprego advêm do tempo de presa muito longo e do difícil manuseio por apresentar uma consistência arenosa. Este fato motivou a síntese de um novo material pelo grupo Vidros e Cerâmicas, intitulado Cimento Endodôntico Rápido (CER). O CER é constituído basicamente de clínquer (matéria prima utilizada na fabricação do cimento Portland), sulfato de bário e uma emulsão que tem a função de dar à mistura uma melhor consistência de manuseio e proporcionar um tempo de presa menor. Os primeiros estudos com este novo cimento foram realizados

por Santos ⁷, cujos resultados foram comparados com o MTA-Angelus[®]. Foram realizadas medidas de tempo de presa, liberação de íons e de expansão térmica. Nestes estudos foram utilizados pós de cimento com tamanhos de partículas menores ou iguais a 38µm. Apesar de não ter feito um controle refinado da proporção pó/líquido, o tempo de presa obtido foi de 7 minutos, contra os 15 minutos obtidos para o MTA-Angelus[®]. Os resultados obtidos indicam que o CER possui a mesma capacidade de liberação de íons cálcio e hidroxila que a do MTA-Angelus[®]. O estudo de expansão térmica indica que o coeficiente linear de expansão do CER é semelhante ao coeficiente da dentina. Este ajuste entre coeficientes de expansão é fundamental para se reduzir microinfiltrações.

Em continuidade ao estudo com o CER, este trabalho tem como objetivo realizar uma investigação do tempo de presa e de expansão térmica em função do tamanho das partículas do pó constituinte do material. Além disso, medir a infiltração marginal a fim de se obter informações a cerca da habilidade do material em selar, comparando os resultados com aqueles do MTA-Angelus[®]. Espera-se também com esse estudo introduzir metodologia adequada para o estudo de infiltração marginal no grupo Vidros e Cerâmicas.

2. FUNDAMENTOS TEÓRICOS

Inicialmente apresentaremos detalhes da conformação do dente (fig.1) para facilitar a leitura e compreensão do texto.

O dente pode ser dividido em coroa, que é a porção que se encontra na cavidade bucal, e raiz, que é a parte intra-óssea. Os tecidos que compõem a coroa são: o esmalte que é a camada mais externa e o tecido mais mineralizado do corpo humano. A camada seguinte é a dentina, que apresenta no seu interior prolongamentos odontoblásticos^{§§} provenientes da polpa. A polpa é o tecido vivo do dente, ela se encontra no interior do canal e é formada por vasos sangüíneos, tecido conjuntivo, nervos etc.

Na parte intra-óssea temos o osso alveolar formando o alvéolo que é a cavidade que aloja a raiz do dente. A raiz é recoberta por um tecido mineralizado chamado cimento. Entre o osso alveolar e o cimento existem algumas fibras de tecido conjuntivo que formam o ligamento periodontal.

Uma região crítica no tratamento endodôntico é a área de furca, onde acidentes de perfuração com brocas, por exemplo, ocorrem neste local.

^{§§} Células especializadas na produção de dentina.



Figura 1: Desenho esquemático de um dente em corte transversal mostrando suas estruturas.

2.1.TEMPO DE PRESA

Tempo de presa ou de pega é o tempo decorrido desde a espatulação do material até o seu endurecimento. É uma propriedade importante, pois indica o intervalo de tempo que o clínico terá para trabalhar após a espatulação do material. Cada material deve ter um tempo de presa que permita o procedimento clínico adequado. O ProRoot MTA[®], apresenta um tempo de presa longo, em torno de 2 horas e 30 minutos, comparado com outros materiais utilizados para o mesmo fim, como amálgama de prata (4 minutos), SuperEBA (9 minutos) e IRM (6 minutos). Atribui-se a este longo tempo de presa a presença de sulfato de cálcio (gesso) em sua composição. O MTA-

Angelus[®], por não possuir este componente em sua composição, apresenta um tempo de presa em torno de 10 minutos⁸. Brandão⁹ reporta a grande influência da umidade sobre o tempo de presa, o qual sofreu uma redução de quase 50% quando alguns cimentos foram expostos à mesma. Wiener e colaboradores reportaram que o aumento da temperatura e da umidade diminui o tempo de presa¹⁰, atuando como catalisadores do processo.

Outro fator que altera o tempo de presa é o tamanho das partículas; com partículas menores (diâmetro médio de 0,39 μm) há uma maior hidratação do material, promovendo um aumento na velocidade de reação e, conseqüentemente, uma diminuição no tempo de presa¹¹. Quando o tamanho da partícula aumenta, a razão entre a área superficial e o volume, que é inversamente proporcional ao raio da partícula, diminui, diminuindo assim a superfície de contato entre as partículas do material. Como conseqüência, diminui os valores da velocidade de reação e da solubilidade da mistura¹², elevando o tempo de presa do material.

As medidas de tempo de presa de materiais seladores endodôntico devem ser realizadas segundo a especificação nº 57 da ADA (American Dental Association)¹³. Esta especificação exige que: a amostra tem que ser armazenada num compartimento com 37°C de temperatura interna e umidade relativa maior que 95%; usar uma agulha

de Gillmore de $(100,0 \pm 0,5)$ g com uma ponta cilíndrica, de diâmetro $(2,0 \pm 0,1)$ mm, de extremidade plana e ângulo reto com seu eixo longitudinal. As amostras são preparadas utilizando anéis de 10 mm de diâmetro interno e 2 mm de espessura.

2.2. INFILTRAÇÃO MARGINAL

A infiltração marginal ocorre quando substâncias ou microorganismos conseguem penetrar na interface parede dentinária/material selador (Fig. 2).

Os métodos de avaliação de infiltração geralmente baseiam-se no princípio da penetração de corante ao longo de um canal obturado. São muitas as variações nas técnicas utilizadas, como por exemplo: utilização de espectrofotometria para medição da quantidade de corante infiltrado; secionamento da raiz para acesso visual do corante infiltrado; diafanização^{***} dos elementos dentais também para acesso visual da infiltração; imersão imediata das amostras na solução de corante; com e sem vácuo no ambiente onde ocorre a imersão das amostras; além dos vários tipos de corantes utilizados (azul de metileno, nanquim, radioisótopos, rodamina, etc).

^{***} Descalcificação do dente para se ter acesso visual da infiltração de corantes.

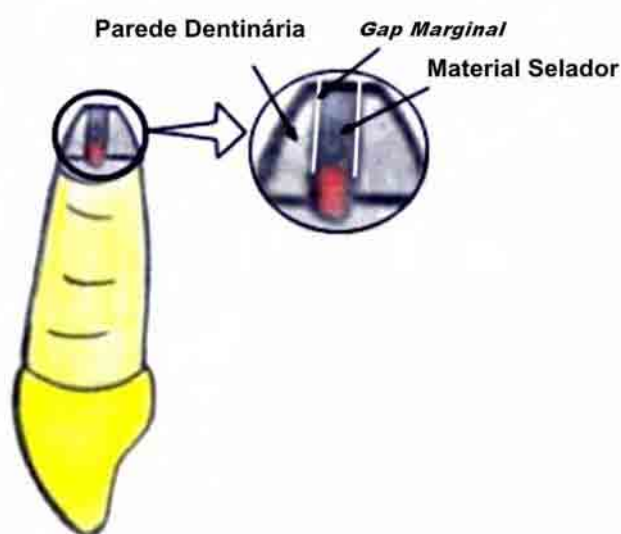


Figura 2: Interface dente/material selador. A ampliação ressalta o caminho mais provável por onde podem ocorrer infiltrações.

Um dos objetivos dos cimentos seladores endodôntico é selar hermeticamente o meio interno do meio externo do canal radicular para evitar infiltrações de microorganismos e endotoxinas que poderiam levar ao fracasso o tratamento endodôntico. Atualmente nenhum material proporciona um selamento hermético. Entretanto, alguns materiais promovem um selamento aceitável, isto é, que não comprometa o resultado final do tratamento como, por exemplo, amálgama, IRM e Super-EBA. Estudos sobre a capacidade seladora marginal ocorrida com o emprego do MTA, comparativamente a outros materiais, após a utilização de corantes ou mesmo penetração de bactérias, têm evidenciado que ele é o mais efetivo^{14,15}. Essa habilidade seladora

exibida pelo MTA, provavelmente deve-se à sua natureza hidrofílica e pequena expansão quando é manipulado em ambiente úmido⁴.

Estudos de infiltração marginal utilizando-se solução de azul de metileno mostraram uma relação entre o pH da solução e a perda de estrutura dental apicalmente. Quanto menor o pH maior a perda de estrutura¹⁶. Desta forma, no uso da metodologia com solução (azul de metileno, por exemplo), cuidados devem ser tomados em relação ao controle de seu pH.

2.3. EXTENSOMETRIA

O surgimento da extensometria se deu em 1856, quando William Thomson notou que a resistência elétrica de um condutor variava quando este era submetido a uma força de tração¹⁷. Este princípio somente foi aplicado entre 1930 e 1940 quando Roy Carlson construiu um extensômetro de fio livre, como os utilizados até hoje. O extensômetro elétrico é um elemento sensível que transforma pequenas variações de dimensões em variações equivalentes de sua resistência elétrica.

O extensômetro é basicamente formado por uma base, grade com um elemento resistivo e terminais (Fig.3).

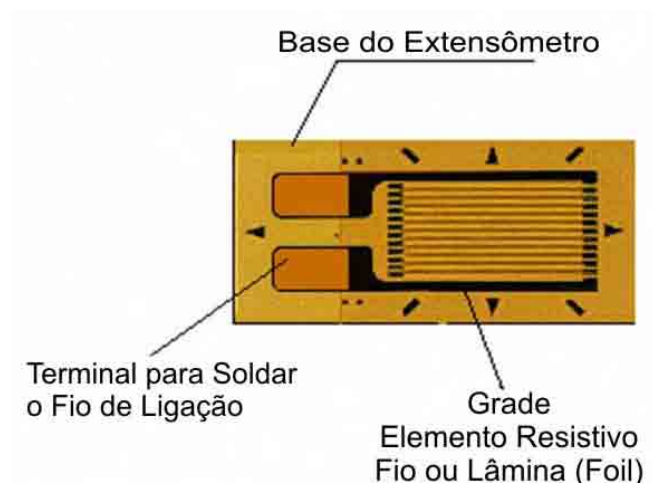


Figura 3: Extensômetro

O princípio de funcionamento desta técnica baseia-se: num circuito elétrico do tipo Ponte de Wheatstone (Fig.4) e; no fato da resistência elétrica (R) de um material ser diretamente proporcional ao seu comprimento (L) e inversamente proporcional à área transversal (A), ou seja,

$$R = \rho \frac{L}{A} \quad (1)$$

sendo ρ a resistividade elétrica do material.

A Ponte de Wheatstone foi descrita pela primeira vez por Christie, em 1833, que a utilizou para medir resistências elétricas. A ponte é formada por um circuito elétrico envolvendo quatro resistências, uma fonte de alimentação e um galvanômetro (Fig.4). A principal característica deste circuito é que quando a ponte está em equilíbrio, ou

seja, quando o produto das resistências opostas são iguais ($R_1R_4 = R_2R_3$) a diferença de potencial (V_g) entre os pontos A e B é igual a zero.

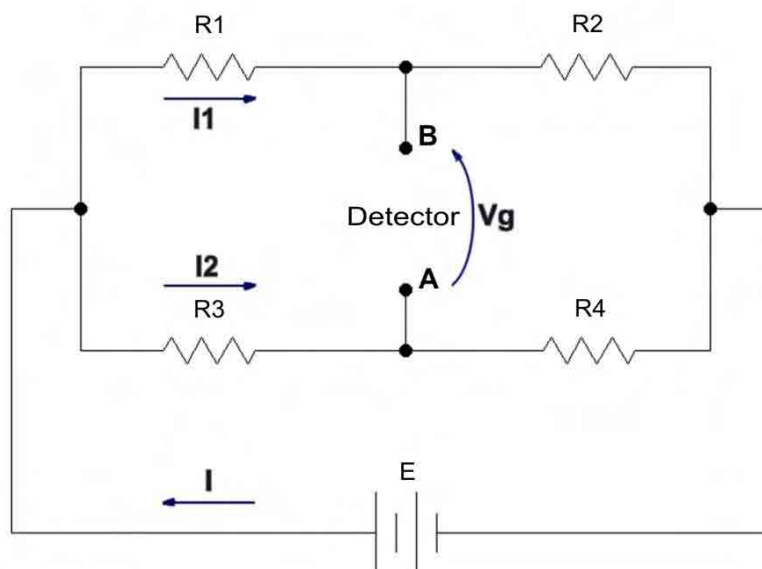


Figura 4: Ponte de Wheatstone.

Se por algum motivo, o valor da resistência de um dos elementos que faz parte desta ponte é modificado, aparecerá uma diferença de potencial V_g diferente de zero. A medida de expansão térmica por extensometria baseia-se exatamente neste efeito.

Na técnica de extensometria, o extensômetro é colado na amostra da qual se deseja estudar a expansão térmica e o conjunto formado será um dos braços da ponte de Wheatstone. Quando ocorrer qualquer variação na resistência do extensômetro devido, por exemplo, a variação térmica da amostra, uma tensão V_g será acusada. A tensão V_g , neste caso pode ser escrita como:

$$V_g = \frac{E}{4} \frac{\Delta R}{R} = \frac{E}{4} K \varepsilon \quad (2)$$

na qual E é a tensão de alimentação do circuito, ΔR a variação da resistência, R a resistência inicial do extensômetro, K é o fator do extensômetro e ε ($\Delta L / L_0$) é a taxa de deformação. Na técnica, circuitos de um quarto, meia e ponte completa podem ser utilizados, dependendo do tipo de medida que se pretende efetuar. No caso de medidas de deformação devido a variação de temperatura o circuito recomendado é o de meia ponte. Isto permite que a expansão do próprio extensômetro seja eliminada. Para tanto uma amostra referência deve ser utilizada, cujo coeficiente de expansão térmica seja conhecido. Em princípio, o material de referência pode ser qualquer desde que as suas propriedades de expansão térmica sejam precisamente conhecidas no intervalo de temperatura que se pretende trabalhar. Um excelente material é o Silicato de Titânio (por exemplo, vidro especial fabricado pela *Corning Glasses Company*) que apresenta um coeficiente de expansão térmica extremamente baixo ($0,0 \mu\text{strain}/^\circ\text{C}$)¹⁸, principalmente na região de -45 a 175°C . Neste trabalho, entretanto, utilizou-se o quartzo, por apresentar também um baixo coeficiente de expansão térmica ($0,55 \mu\text{strain}/^\circ\text{C}$)¹⁹ e ser disponível no mercado a baixo custo.

Num circuito meia ponte de Wheatstone (Fig. 5) duas resistências são externas e duas são internas ao próprio indicador de deformação.

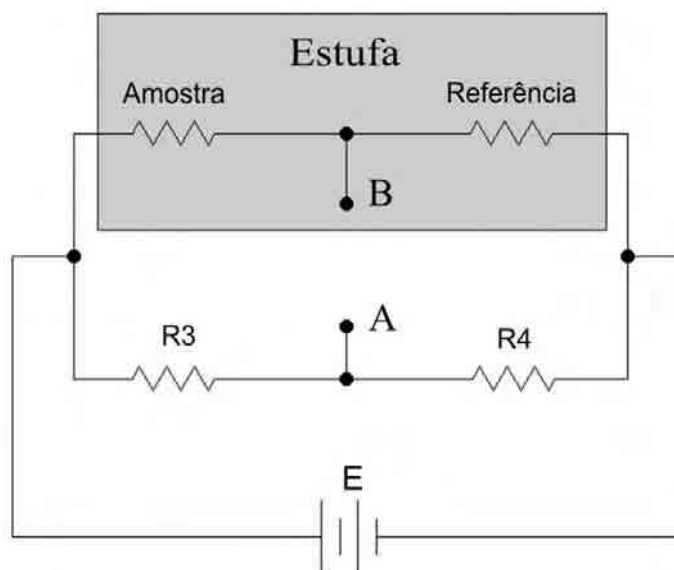


Figura 5: Circuito meia ponte utilizado no estudo de expansão térmica

As duas resistências externas do circuito, amostra e referência, são submetidas a variação de temperatura. Neste caso, a tensão entre os pontos A e B da ponte é dada por:

$$V_g = \frac{E}{4} K(\varepsilon_a - \varepsilon_q) \quad (3)$$

onde ε_a e ε_q são as expansões térmicas dos elementos amostra/ extensômetro ($\varepsilon_a = \varepsilon_{am} + \varepsilon_{ext}$) e quartzo/extensômetro ($\varepsilon_q = \varepsilon_{quartzo} + \varepsilon_{ext}$), respectivamente. Desta forma, a expansão do próprio extensômetro não contribui para a variação da tensão V_g . Como o coeficiente de expansão térmica da referência é conhecido, a deformação da amostra é determinada através do valor de V_g .

A maioria dos materiais sólidos se expande quando é submetido a um aquecimento e se contrai quando é submetido a um resfriamento.

O coeficiente linear de expansão térmica é uma propriedade do material que indica o grau segundo o qual um material se expande quando é aquecido, e possui unidade do inverso da temperatura²⁰.

De uma perspectiva atômica, a expansão térmica é refletida por um aumento na distância média de ligação entre os átomos que compõem o sólido. Esse fenômeno pode ser mais bem compreendido através de um gráfico da energia potencial em função da distância interatômica (Fig. 6).

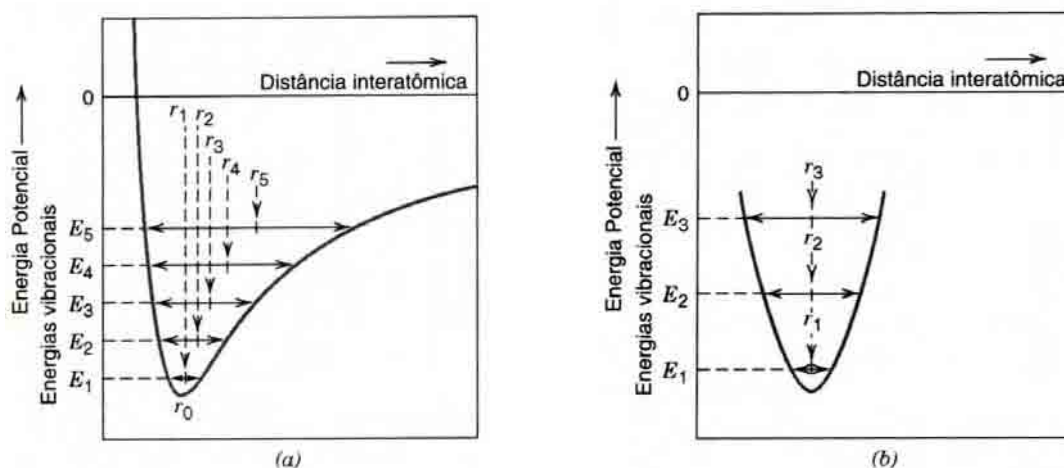


Figura 6: Poço de energia potencial mostrando a relação entre energia vibracional e a distância interatômica: (a) potencial anarmônico quântico; (b) potencial clássico de um sistema massa-mola.

A expansão térmica ocorre porque a energia potencial que mantém os átomos do sólido ligados é assimétrica. À medida que a temperatura aumenta a distância média entre os átomos ligados aumenta (Fig. 6a). Se a energia potencial de ligação fosse simétrica

(Fig. 6b) não haveria expansão térmica, uma vez que a distância média manter-se-ia a mesma.

A expansão térmica linear é definida pela equação $\frac{\Delta L}{L_0} = \alpha \Delta T$, na qual ΔL é a variação do comprimento do material, L_0 o seu comprimento inicial e α o coeficiente linear de expansão. Um material odontológico usado no meio intrabucal como selador ou restaurador pode se expandir ou se contrair mais que o dente durante a alteração de temperatura, podendo causar infiltrações marginais. A variação de temperatura intrabucal está entre 0 e 67 °C ²¹. Neste sentido, estudar o comportamento térmico dos materiais odontológicos é fundamental para que os profissionais possam escolher o material mais adequado para a aplicação desejada e assim alcançar melhores resultados clínicos.

3. MATERIAIS E MÉTODOS

3.1. TEMPO DE PRESA

Para medidas de tempo de presa, foram preparadas 5 amostras para cada intervalo de tamanhos de partículas do CER, ou seja, para menores que 38 μm , entre 38 e 45 μm e entre 45 e 53 μm . Para obtenção dos diferentes tamanhos de partículas, foram utilizadas peneiras da marca Bertel (mesh 400, 325, e 270). Na preparação das amostras, foram utilizados anéis metálicos de aço inoxidável com 10 mm de diâmetro interno e 2 mm de espessura. Foi determinada uma relação pó/líquido específica para o CER que proporcionasse ao material uma consistência de fácil manuseio. Na proporção adequada, 1ml de líquido para 3g de pó, a massa apresenta uma consistência parecida com a de massa de vidraceiro. Uma vez determinada a proporção adequada, o material (pó + líquido) foi espatulado com auxílio de uma espátula de aço inox e uma placa de vidro. Em seguida os anéis de aço foram preenchidos com a pasta de cimento, estando os mesmos acomodados sobre uma lâmina de vidro de microscópio. As amostras foram preparadas em temperatura ambiente (em torno de 25°C). O conjunto (lâmina de vidro e anel com amostra) foi colocado, em seguida, em um compartimento com temperatura de $(37\pm 1)^{\circ}\text{C}$ e umidade relativa entre 95 e 100%. O tempo médio de espatulação e armazenamento no

compartimento foi de $(1,2 \pm 0,1)$ minutos. Após 3 minutos do início da espatulação, a agulha foi baixada verticalmente sobre a superfície da amostra, repetindo-se este processo em intervalos de 30 segundos, até que a agulha não mais deixasse impressão na superfície do material. A agulha foi sempre limpa com papel absorvente após cada contato. O tempo decorrido desde o início da espatulação até o momento em que a agulha de Gillmore não deixa impressão na superfície do material será o tempo de presa.

3.2. INFILTRAÇÃO MARGINAL

Foram selecionados sete dentes humanos unirradiculares com apenas um conduto radicular para cada material a ser estudado (CER e MTA-Angelus). Esses dentes ficaram armazenados em solução de formalina para desinfecção. Em seguida, as coroas dos dentes foram seccionadas na altura da junção amelo-cementária^{†††} com auxílio de uma máquina para corte de disco diamantado (0,33 mm de espessura), SBT (South Bay Technology Inc.), modelo 650. A odontometria^{†††} foi realizada introduzindo-se uma lima (Fig. 7) do tipo Kerr nº 15 no canal radicular

^{†††} Limite entre a junção do esmalte da coroa com o cimento da raiz do dente.

^{†††} Técnica utilizada para se definir o comprimento real do dente e o comprimento que será obturado.

até o momento em que sua guia de penetração atingiu o forame apical^{§§§} (Fig. 8).



Figura 7: Lima tipo Kerr utilizada para preparação de canais

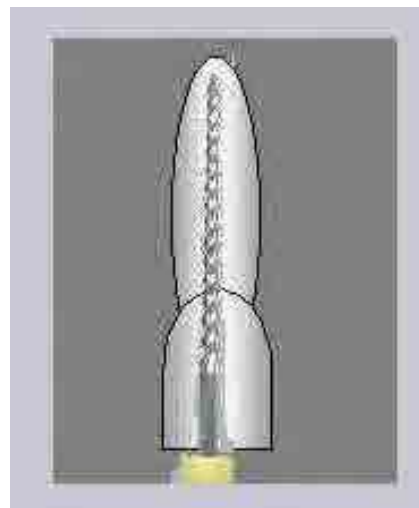


Figura 8: Lima tipo Kerr no interior do canal

A padronização do diâmetro do forame foi obtida com uma lima do tipo Kerr nº 20 em 1 mm além da extensão obtida na odontometria. O limite de instrumentação foi determinado subtraindo-se 1 mm do comprimento total da raiz. Foi utilizada a técnica clássica de instrumentação, dilatando-se o canal com limas até o diâmetro nº 35. Os canais foram irrigados, a cada troca de instrumento, com 1ml de soro fisiológico. Vale ressaltar que as limas utilizadas neste trabalho são as mesmas usadas em consultórios odontológicos.

^{§§§} Forame no ápice das raízes por onde entram a inervação e vascularização dos dentes.

Os canais radiculares foram secados com cones de papel absorvente, e estes foram preenchidos com cimento de óxido de zinco e eugenol com o auxílio do cone de guta-percha previamente selecionado. Em seguida, o cone foi posicionado no interior do canal.

As raízes permaneceram sete dias no compartimento com temperatura de 37°C e umidade relativa entre 95 e 100%. Passado este período, as raízes foram seccionadas, a partir de 2 mm do extremo apical, com uma angulação de 90° em relação ao eixo longitudinal da raiz, utilizando-se a mesma máquina para corte de disco diamantado.

Na seqüência, foi feita a impermeabilização de toda a superfície externa da raiz, colocando com ajuda de um pincel duas camadas de esmalte para unhas.

As cavidades retrógradas^{****} foram confeccionadas com aproximadamente 3 mm de profundidade, empregando-se brocas cilíndricas, seguida de irrigação com solução fisiológica. Após esse preparo, todas as cavidades foram secas com jato de ar, sendo que metade delas foi preenchida com o cimento CER e a outra com MTA-Angelus. O preenchimento no interior do preparo foi realizado com a ajuda de um compactador de MacSpaddem. A proporção pó/líquido utilizada para o CER foi a mesma de experimentos anteriores e para o

^{****} Cavidade preparada no ápice da raiz

MTA-Angelus foi a recomendada pelo fabricante. Para este estudo, foi utilizado o pó do cimento CER somente com tamanhos de partículas menores que $38\mu\text{m}$, para comparar com os resultados do MTA-Angelus. Embora não há informações sobre a granulometria do MTA-Angelus, o pó do CER com tamanhos de partículas menores que $38\mu\text{m}$ apresenta uma coloração semelhante ao do MTA-Angelus.

A figura 9 mostra um desenho esquemático do dente tratado. A parte C representa a região do canal onde foi preenchida com cone de guta-percha, cimento óxido de zinco e eugenol e, a parte A com o cimento selador.

Em seguida os espécimes foram imersos em solução tampão de azul de metileno a 2% com pH em torno de 7, e mantidos por 24 hs. Após esse período, as raízes foram lavadas e seccionadas apicalmente, paralelo ao seu eixo longitudinal (Fig. 9), com a máquina para corte de disco diamantado. Este corte é necessário para permitir analisar opticamente a infiltração do corante na interface dentina/retrobturação. Esta análise foi realizada por dois examinadores com auxílio de um microscópio óptico da Carl Zeiss-Jena equipado com uma CCD, com um aumento de 90 vezes. A extensão da infiltração foi medida a partir do extremo apical até a maior infiltração observada na interface.

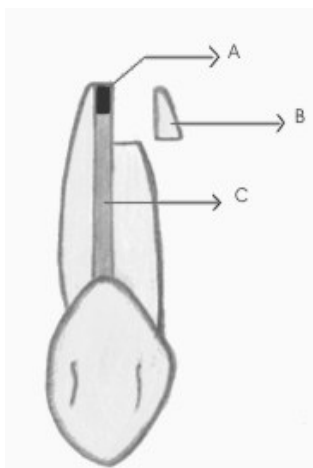


Figura 9: Esquema representando o tratamento do canal com obturação retrograda: (A) cimento selador; (B) parte do dente seccionada onde é feita a análise de infiltração e (C) Guta-percha com cimento óxido de zinco e eugenol.

3.3. EXPANSÃO TÉRMICA

Para o estudo de expansão térmica, amostras foram preparadas utilizando-se anéis de silicone de 5 mm de diâmetro interno e 2 mm de espessura. Foram preparadas 2 amostras para cada intervalo de tamanhos de partículas. A manipulação e a proporção pó/líquido foram as mesmas que aquelas utilizadas no estudo de tempo de presa.

As amostras foram dispostas sobre uma placa de vidro e classificadas de acordo com o tamanho das partículas. O conjunto formado pela placa de vidro e amostras foi mantido, por uma semana, no compartimento a uma temperatura de 37°C e umidade relativa entre 95 e 100%. Após este período, extensômetros (KFG-02-120-C1-11, $K = 2,24 \pm 1\%$, KYOWA), foram colados na superfície das amostras. Para tanto, a superfície a ser utilizada para a colagem foi lixada e limpa

seguindo recomendações do fabricante. Para a colagem do extensômetro, foi utilizada uma cola (CC33A, KYOWA) que suporta temperaturas entre -196 e 120°C . A base do extensômetro foi posicionada no centro da amostra e recebeu uma camada fina de cola. O conjunto foi colocado entre duas placas de silicone, as quais foram mantidas sob pressão por uma pinça própria por um período de 12h. Finalizando-se o processo de colagem, os cabos do extensômetro foram soldados a terminais apropriados e estes por sua vez a fios com medidas padronizadas (35 cm de comprimento).

Para determinação do coeficiente linear de expansão térmica, mediu-se a variação de deformação do material em função da temperatura, mais especificamente entre as temperaturas ambiente e 60°C . As medidas de deformação foram efetuadas com um indicador de deformação da TRANSDUTEC, Modelo TMDE. Como foi utilizado circuito meia ponte, os conjuntos amostra/extensômetro e quartzo/extensômetro foram colocados no interior de uma estufa (Fig. 10), e as leituras no indicador de deformação foram feitas a cada 5°C , na faixa pré-estabelecida. A temperatura foi controlada por um termopar de cromel-alumel. Para cada amostra, foram realizados 5 ciclos de medidas, procurando sempre partir das mesmas condições de temperatura. Leituras só foram efetuadas durante o aumento da temperatura. Para que tivesse uma melhor acomodação das tensões

geralmente existentes no material referência, na amostra, na película de cola entre extensômetro e material e na solda dos fios²², a primeira medida foi sempre desprezada.



Figura 10: Sistema utilizado para medidas de expansão térmica.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1. TEMPO DE PRESA

A Tabela 1 resume os resultados obtidos para tempo de presa em função do tamanho das partículas do pó clínquer: na segunda coluna são os valores de tempo de presa medido para as cinco amostras; o valor médio e o respectivo erro padrão (SE) são apresentados na terceira e quarta colunas, respectivamente. Estes resultados indicam a grande influência do tamanho das partículas no tempo de presa (Fig.11).

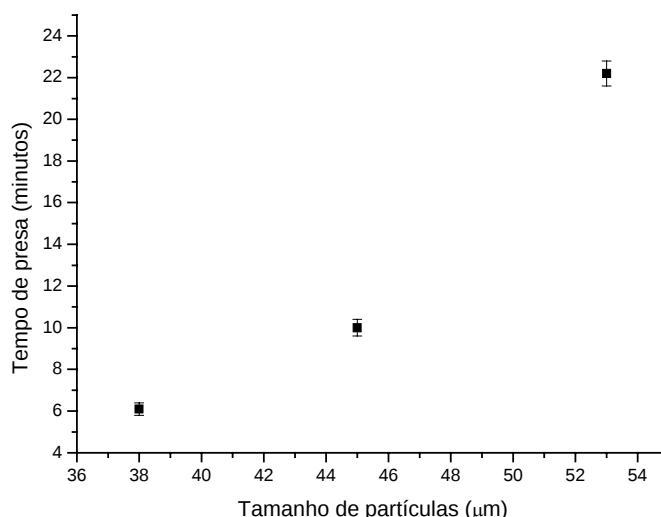


Figura 11: Tempo de presa em função do tamanho de partículas.

Norman et al.²³, estudando o efeito do tamanho da partícula nas propriedades físicas da mistura óxido de zinco e eugenol observaram que o pó com partículas menores ($0,11 \mu\text{m}$) apresentou um menor tempo de presa. Estudos sobre o efeito da distribuição do tamanho das

partículas nas propriedades do cimento Portland²⁴ indicam que o cimento com partículas menores (média da distribuição de tamanhos igual a 5 μm) possui uma maior hidratação num período de tempo menor, portanto, um menor tempo de presa. Indicam também que quanto maior a proporção pó/líquido, maior a diferença de tempo de presa entre os diferentes tamanhos de partículas. Brown et al.^{12,25} estudando o efeito da distribuição do tamanho das partículas na cinética de hidratação do silicato tricalcio demonstraram que partículas menores, cuja superfície de contato é maior, apresentam uma velocidade de reação maior.

Segundo Bernabé e Holland⁸, é desejável que o material endureça o mais rápido possível para evitar contrações significantes do material. Neste sentido o CER apresenta um tempo de presa menor que os demais cimentos comerciais disponíveis. Além disso, este tempo atende as necessidades do profissional, permitindo que o mesmo possa realizar o procedimento clínico adequadamente.

Tabela 1: Tempo de presa do cimento CER em função do tamanho das partículas.

Tamanho de partículas (μm)	Tempo de Presa (minutos)					Média	SE
< 38	6,0	6,0	6,5	6,0	6,0	6,1	0.1
Entre 38 e 45	10,0	10,0	10,5	10,0	9,5	10,0	0.2
Entre 45 e 53	22,0	21,0	23,0	22,0	23,0	22,2	0.4

4.2 INFILTRAÇÃO MARGINAL

Os resultados da análise de micro-infiltração estão resumidos na Tabela 2. As duas últimas colunas informam os valores da média entre os sete valores de infiltração obtidos e o erro padrão, respectivamente. Das sete amostras analisadas, não foi observada nenhuma infiltração em cinco do cimento MTA-Angelus e em três do CER.

Tabela 2: Infiltração marginal dos cimentos MTA-Angelus e CER

Material	Infiltração (mm)							Média	SE
MTA-Angelus	0	0	0	0	0	0.4	0.2	0,08	0,06
CER	0	0	0	0.4	0.8	0.8	0.1	0,3	0,1

Resultados semelhantes foram obtidos por Torabinejad et al.²⁶ e Pereira et al.²⁷. Torabinejad et al., utilizando a técnica de obturação retrograda e como corante a rodamina B, mostraram que o MTA-ProRoot é mais efetivo no selamento marginal que os materiais amálgama e super EBA. Observou que a maioria das amostras não apresentou infiltração, e as que apresentaram, a infiltração foi mínima (menor que 1mm). Pereira et al., avaliaram a habilidade de selamento de quatro cimentos endodônticos, utilizando a técnica de obturação retrograda e azul de metileno como corante. Observaram para o MTA ausência de infiltração em 90% das amostras analisadas e menos que 0,75 mm nos 10% restantes.

Torabinejad et al.¹⁴ afirmam que o material retrobturador ideal é aquele que endurece tão logo ter sido colocado na retrocavidade. Esta condição permitiria estabilidade dimensional do material e menor tempo de contato do material não endurecido com tecidos vitais. Entretanto, em geral, quanto mais rápido um material endurece mais ele se contrai. Isto explicaria o motivo pelo qual o MTA-ProRoot apresenta menor infiltração de corantes e de bactérias. Embora o tempo de presa do CER seja 4% do tempo de presa do MTA-ProRoot ele apresenta níveis semelhantes de infiltração. Isto indica que o tempo de presa menor não induziu significativa mudança na contração do material CER.

4.3 EXPANSÃO TÉRMICA

Na tabela 3 contem os dados obtidos da análise de expansão térmica do cimento endodôntico CER em função do intervalo de tamanho de partículas. Na coluna 2 estão os valores médios dos coeficientes de expansão térmica das amostras A e B obtidos dos quatro ciclos considerados. Nas duas últimas colunas estão os valores médios e os erros padrões, respectivamente.

A figura 12 mostra a expansão térmica em função da temperatura de uma amostra de cada intervalo de tamanhos de partículas.

Tabela 3: Coeficiente de expansão térmica linear (α) do cimento CER em função do tamanho das partículas.

Tamanho de partícula (μm)	α ($\mu\text{strain}/^{\circ}\text{C}$)		Média	SE
	A	B		
<38	9,85	9,47	9,66	0,19
Entre 38 e 45	7,92	7,65	7,78	0,13
Entre 45 e 53	7,45	6,77	7,11	0,34

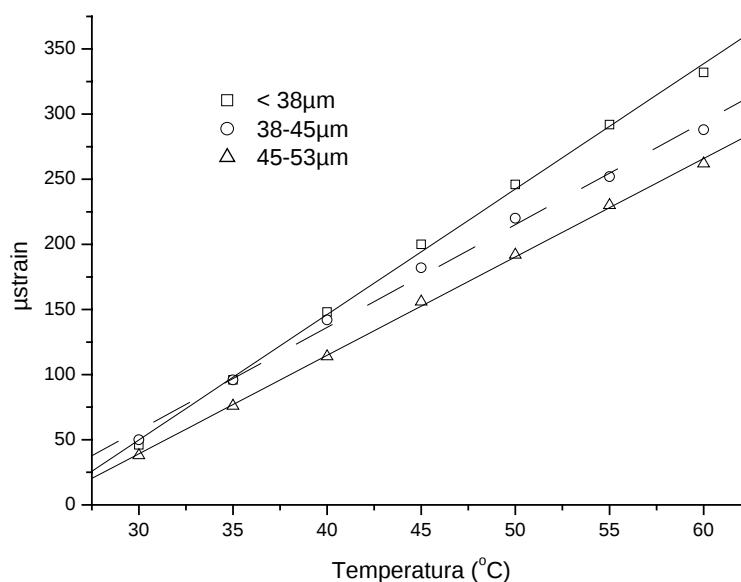


Figura 12: Expansão térmica em função da temperatura para cada intervalo de tamanho de partículas

Estes resultados indicam que o coeficiente de expansão térmica aumenta a medida que diminui os tamanhos das partículas, sendo mais acentuado quando se reduz para partículas com dimensões menores que 38 μm . Sabe-se que o aumento no tamanho das partículas poderá provocar na microestrutura do material um aumento de porosidade,

afetando sobremaneira propriedades como condutividade e difusividade térmica do material²⁰. O ar aprisionado no seu interior age como isolante térmico. O contato mais íntimo entre as partículas menores diminui a quantidade de poros no interior da massa o que favorece a condutividade e a difusividade térmica. Para confirmar o aumento de porosidade, medidas de difusividade e condutividade foram realizadas pelo grupo de Estudos dos Fenômenos Fototérmicos, Universidade Estadual de Maringá. A figura 13 mostra os resultados obtidos nas medidas de difusividade e condutividade. Note que a mesma tendência foi observada, ou seja, a difusividade térmica diminui com o aumento do tamanho das partículas, o mesmo ocorrendo para a condutividade térmica. As medidas foram feitas pela técnica OPC (*Open Photoacoustic cell*), utilizando lasers de HeNe e Yag como fontes e um microfone celular²⁸.

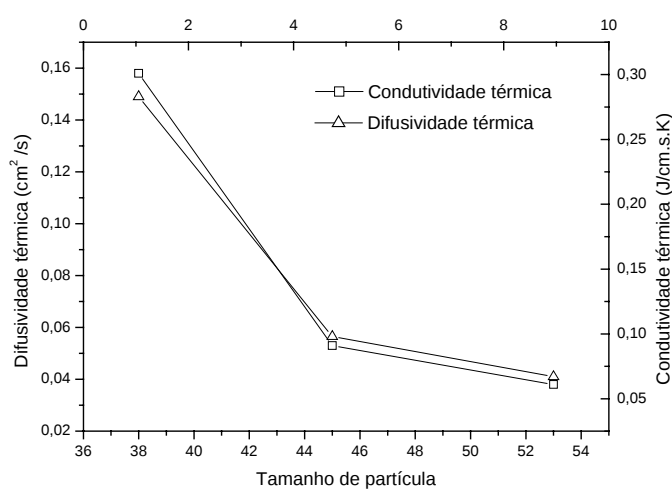


Figura 13: Condutividade e difusividade térmica em função do intervalo de tamanho das partículas

Um fator relevante nesta discussão é a hidratação do cimento; reportaremos alguns aspectos da hidratação do cimento Portland pela sua semelhança na estrutura química com o CER. A hidratação do cimento Portland é afetada pelo tamanho das partículas do pó que constitui o cimento. Como a hidratação se inicia na superfície das partículas e é a área total da superfície do cimento que representa o material disponível para hidratação, partículas menores apresentam uma maior superfície de contato, portanto, se hidratam mais rapidamente. Neste processo, a relação água/cimento precisa ser estabelecida para que não ocorra uma hidratação incompleta ou presença de poros capilares. Em qualquer estágio da hidratação, os poros capilares representam a parte do volume total não preenchida pelos produtos da hidratação. Assim, o volume do sistema de poros é reduzido com a evolução da hidratação²⁹. No nosso caso, a relação pó/líquido foi estabelecida e fixada em 1ml de líquido para 3g de pó, nos três intervalos de tamanho de partículas estudados.

O coeficiente de expansão térmica apresentado pela amostra com tamanhos de partículas $<38\mu\text{m}$ é semelhante com o coeficiente da dentina $(11\pm2) \mu\text{strain}/^{\circ}\text{C}^{30}$. Uma redução dos tamanhos de partículas levaria a um aumento do coeficiente, ajustando-o melhor ao da dentina. Além disso, melhoraria a hidratação do cimento, diminuindo o tempo de presa.

5. CONCLUSÃO

Com a finalidade de se caracterizar o CER, foram realizadas medidas de tempo de presa e expansão térmica com variação do tamanho das partículas, e também uma comparação da habilidade seladora do CER com o cimento endodôntico MTA-Angelus.

Os melhores resultados para tempo de presa foram obtidos com o cimento de pó contendo menores tamanhos de partículas do CER, que apresentou um tempo de presa de 6 minutos. Esta redução no tempo de presa quando comparado com o do MTA-Angelus, é consequência da adição de uma emulsão no lugar da água destilada. Este fato é importante, pois um dos maiores problemas do MTA-ProRoot é o tempo de presa muito elevado (2 horas e 45 minutos)¹⁴. No MTA-Angelus este problema foi resolvido quando seu fabricante removeu de sua fórmula o sulfato de cálcio, obtendo um tempo de presa de 15 minutos⁷.

Para expansão térmica o coeficiente mais próximo da dentina foi o do cimento com partículas de menores dimensões, conferindo-lhe uma boa estabilidade dimensional quando o mesmo for aplicado como material retrobturador. As medidas de condutividade e difusividade indicam que houve um aumento de poros nas amostras com tamanho de partículas maiores, confirmando que os mesmos são os responsáveis pela tendência observada no coeficiente de expansão térmica.

Na comparação de infiltração marginal entre o CER e o MTA-Angelus, os resultados foram semelhantes, porém, a diferença observada na infiltração dos dois materiais poderá ser explicada após estudo mais detalhado de microestrutura e a influência da emulsão na conformação do material CER.

Os resultados obtidos neste trabalho nos levam a crer que o CER possua potencial para ser utilizado como selador endodôntico. Para tanto, estudos de propriedades biológicas e de outras propriedades físico-químicas são necessários.

6. REFERÊNCIAS

- ¹ DE DEUS, Q.D. **Endodontia**. 4.ed. Rio de Janeiro: MEDSI, 1986.
- ² INGLE, J.I. **Endodontia**, 2.ed. Rio de Janeiro: Interamericana, 1979.
- ³ LEE, S.J.; MONSEF, M.; TORABINEJAD, M. Sealing ability of a mineral trioxide aggregate for repair of lateral root perforations. **Journal of endodontics**, Chicago, v.19, n.11, p.541-544, 1993.
- ⁴ WUCHERPFENING, A.L.; GREEN, D.B. Mineral trioxide vs Portland cement: two biocompatible filling materials. **Journal of endodontics**, Chicago, v.25, n.4, p.308, 1999.
- ⁵ HOLLAND, R.; SOUZA, V.; MURATA, S.S.; NERY, M.J.; BERNABÉ, P.F.E.; OTOBONI F., J.A.; DEZAN JR., E. Healing process of dog dental pulp after pulpotomy and pulp covering with mineral trioxide aggregate or Portland cement. **Brazilian Dental journal**, Ribeirão Preto, v.12, n.2, p.109-113, 2001.
- ⁶ ESTRELA, C.; BAMMANN, L.L. ; ESTRELA, C.R.A. ; SILVA, R.S. ; PÉCORA, J.D. Antimicrobial and chemical study of MTA, Portland cement, calcium hydroxide paste and dycal. **Brazilian Dental journal**, Ribeirão Preto, v.11, n.1, p.3-9, 2000.
- ⁷ SANTOS, A.D. **Estudo de propriedades físicas e químicas de um novo cimento selador endodôntico**. 2004. 80f. Dissertação (mestrado)

– Faculdade de engenharia de Ilha Solteira, Universidade Estadual Paulista, Ilha Solteira, 2004.

⁸ BERNABÉ, P.F.E.; HOLLAND, R. **MTA e cimento Portland: Considerações sobre as propriedades físicas, químicas e biológicas**. In: Congresso Paulista de Odontologia, 21, s.l. **Anais...** [S.l. s.n.]. p.237.

⁹ BRANDÃO, C.G. **Propriedades físico-químicas dos cimentos endodônticos resinosos SEALER 26, e dos experimentais, SEALER PLUS e MBP, comparadas às do óxido de zinco e eugenol**. 1999. 153f. Dissertação (Mestrado) – Faculdade de Odontologia de Bauru, Universidade de São Paulo, Bauru, 1999.

¹⁰ GROSSMAN, L.I. Physical properties of root canal cements. **Journal of endodontics**, Chicago, v.2, n.6, p.166-175, 1976.

¹¹ LIU, C.; SHAO, H.; CHEN, F.; ZHENG, H. Effects of the granularity of raw materials on the hydration and hardening process of calcium phosphate cement. **Biomaterials**, Surrey, V.24, p.4103-4113, 2003.

¹² FRAGOLA, A.; PASCAL, S.; ROSENGARTEN, M.; SMITH, A.; BLECHMAN, H. The effect of varying particle size of the components of Grossman's cement. **Journal of endodontics**, Chicago, v.5, n.11, p.336-339, 1979.

-
- ¹³ AMERICAN NATIONAL STANDARD/ AMERICAN DENTAL ASSOCIATION. **Endodontic sealing material**. Chicago: ADA, 2000. 12p. (ANSI/ADA Specification, 57).
- ¹⁴ TORABINEJAD, M.; HONG, C.U.; MCDONALD, F.; PITT FORD, T.R. Physical and chemical properties of a new root-end filling material. **Journal of endodontics**, Chicago, v.21, n.7, p.349-353, 1995.
- ¹⁵ TORABINEJAD, M.; HIGA, R.K.; MCKENDRY, D.J.; PITT FORD, T.R. Dye Leakage of four root end filling materials: effects of blood contamination. **Journal of endodontics**, Chicago, v.20, n.4, p.159-163, 1994.
- ¹⁶ STARKEY, D.L.; ANDERSON, R.W.; PASHLEY, D.H. An Evaluation of the effect of methylene blue dye pH on apical leakage. **Journal of endodontics**, Chicago, v.19, n.9 p.435-439, 1993.
- ¹⁷ BARRETO JR., E. O extensômetro elétrico de resistência. Manual prático. Ilha Solteira: S.n. (mimeogr.)
- ¹⁸ VISHAY. VISHAY MICRO-MEASUREMENTS. **Strain gage thermal out put and gage factor variation with temperature**. Malvern, PA-USA. (Tech Note nº 504).
- ¹⁹ Weast, R. C.: **Handbook of chemistry and physics**. 58th ed. Boca Raton: CRC press, 1997.

-
- ²⁰ CALLISTER JR., W.D. Propriedades térmicas. In:____. **Ciência e engenharia de materiais: uma introdução**. 5. ed. Rio de Janeiro: Editora LTC, 2002. p. 449-459.
- ²¹ VERSLUIS, A.; DOUGLAS, W.H.; SAKAGUCHI, R.L. Thermal expansion coefficient of dental composites measured with strain gauges. **Dental Materials**, Kidlington, v.12, p.290-294, 1996.
- ²² VISHAY. VISHAY MICRO-MEASUREMENTS. **Measurement of thermal expansion coefficient using strain gages**. Malvern, PA-USA. (Tech Note TN-513-1).
- ²³ Norman, R.D.; Phillips, R.W.; Swartz, M.L.; Frankiewicz, T. The effect of particle size on the physical properties of zinc oxide-eugenol mixtures. **Department of dental materials, Indiana University School of Dentistry, Indianapolis**, Indiana, v.43, n.2, p.252-262, 1964.
- ²⁴ Bentz D.P.; Garboczi E.J.; Haecker C. J.; Jensen O. M. Effects of cement particle size distribution on performance properties of Portland cement-based materials. **Cement and Concrete Research**, Elmsford, v.29, p.1663-1671, 1999.
- ²⁵ BROWN, P.W. Effects of particle size distribution on the kinetics of hydration of tricalcium silicate. **Journal of the American Ceramic Society**, Westerville, v.72, n.10, p.1829-1832, 1989.

-
- ²⁶ TORABINEJAD, M.; WATSON, T.F.; PITT FORD, T.R. Sealing ability of a mineral trioxide aggregate when used as a root end filling material. **Journal of endodontics**, Chicago, v.19, n.12, p.591-595, 1993.
- ²⁷ PEREIRA, C.L.; CENCI, M.S.; DEMARCO, F.F. Sealing ability of MTA, Super EBA, Vitremer, and amalgam as root-end filling materials. **Brazilian Oral Research**, São Paulo, v.18, n.4, p.317-321, 2004.
- ²⁸ NOGUEIRA, E.S.; SANTOS, M.A.; BAESSO, M.L.; BENTO, A.C.; Comparasion between TWI and OPC techniques for studying porous metallic slabs. **Journal of Physique**, IV 125, 569-572, 2005.
- ²⁹ NEVILLE, A.M. **Propriedades do concreto**. São Paulo : Pini, 1997
- ³⁰ XU, H.C.; LIU,W.I.; WANG, T.; Measurement of thermal expansion coefficient of human teeth. **Australian Dental Journal**, Sydiney v.34, n.6, p.530-535, 1989.

7. Anexo 1: PUBLICAÇÕES