

Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais



Dissertação de Mestrado

Carla Godinho Corrêa

Estudo das propriedades de cimentos à base de cimento Portland branco para uso odontológico

Belo Horizonte

Agosto de 2014

Carla Godinho Corrêa

**Estudo das propriedades de cimentos à base de cimento Portland branco para
uso odontológico**

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais do CEFET-MG, na área de concentração de Ciência e Desenvolvimento de Materiais, na Linha de Pesquisa em Biomateriais, como parte integrante dos requisitos para a obtenção do título de Mestre em Engenharia de Materiais.

Orientador: Dr. Weber Guadagnin Moravia

Belo Horizonte

Agosto de 2014

Corrêa, Carla Godinho.

C278e Estudo das propriedades de cimentos à base de cimento Portland branco para uso odontológico / Carla Godinho Corrêa. - 2014.

106 f. : il.; tabs. ; grafs ; fotos. –

Orientador: Weber Guadagnin Moravia.

Dissertação (mestrado) – Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais, Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais, Belo Horizonte, 2014.

Bibliografia.

1. Cimento Portland. 2. Endodontia. 3. Materiais dentários. 4. Cimento dentário. I. Moravia, Weber Guadagnin. II. Título.

CDD: 620.135

Estudo das propriedades de cimentos à base de cimento Portland branco para uso odontológico

Dissertação apresentada em 29 de agosto de 2014 por Carla Godinho Corrêa, ao Curso de Mestrado em Engenharia de Materiais do Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais – CEFET-MG, na área de concentração de Ciência e Desenvolvimento de Materiais, na Linha de Pesquisa em Biomateriais, a ser aprovada pela banca examinadora constituída dos professores:

Prof.Dr. Weber Guadagnin Moravia - Orientador
Doutor, Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais

Prof^a.Dra. Adriana Guerra Gumieri
Doutora, Universidade Federal de Minas Gerais

Prof. Dr. Rodrigo Lambert Oréfica
Doutor, Materials Science and Engineering pela University of Florida,
Estados Unidos

Prof.Dr. Sidney Nicodemos da Silva
Doutor, Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais

Belo Horizonte, 29 de agosto de 2014

AGRADECIMENTOS

A Deus por me fortalecer em todos os momentos de fraqueza, por estar ao meu lado durante as dificuldades, por abrir os caminhos e colocar pessoas em minha vida que me ajudaram no desenvolvimento desse trabalho.

Ao meu orientador, professor Weber Moravia, pelo tempo dedicado, pela paciência e conselhos; pelo incentivo para a concretização desse trabalho.

Agradeço à minha família pelas orações, pelo incentivo e compreensão nos momentos de ausência. Em especial, ao Júnior pelo tempo dedicado.

Ao Tiago Buquera pelo incentivo, carinho, paciência, pelas orações, compreensão nos momentos de ausência e por toda ajuda dispensada para a conclusão desse trabalho.

Sinceros agradecimentos ao professor Sidney Nicodemos pela paciência, contribuições e sugestões valiosas na execução dos ensaios e apoio dispensado na construção desse trabalho.

A Erica Gravina pelo apoio incondicional, pelo tempo dedicado, pela paciência e contribuição para o desenvolvimento e conclusão desse trabalho.

Ao Josué Coelho pelo apoio, tempo dedicado e contribuição.

Ao CEFET pelo apoio financeiro, apoio intelectual e incentivo à pesquisa.

A todos os profissionais do Laboratório de Caracterização do DEMAT do CEFET pela disponibilidade e pelo apoio na realização dos ensaios.

A professora Adriana Gumieri pelas sugestões e contribuições valiosas para a execução desse trabalho.

A minha gerente, Ana Eliza Pádua, pela flexibilidade no trabalho, pela compreensão e pelo carinho dedicado.

A Ana Cristina, Marília, Marisete, Marlucy e Rosely pela amizade, pelo carinho e incentivo.

A todos os colegas e amigos que direta ou indiretamente contribuíram com ideias, sugestões ou simplesmente com sua amizade.

**“Tudo posso naquele que me fortalece.”
(Filipenses 4.13)**

RESUMO

O Agregado de Trióxido Mineral (MTA) é um cimento odontológico usado principalmente na área da endodontia. No entanto, desde seu desenvolvimento, esse material ganhou um amplo campo de utilização na odontologia. Atualmente, pode ser utilizado em vários procedimentos odontológicos. O MTA apresenta, em sua composição, componentes semelhantes aos do cimento Portland. O objetivo do estudo foi verificar as propriedades de cimentos Portland branco modificados para utilização na odontologia. As pesquisas relacionadas ao uso direto do cimento Portland na odontologia indicaram resultados semelhantes entre o MTA e o cimento Portland em vários parâmetros: biocompatibilidade, citotoxicidade e infiltração. O MTA, o cimento Portland branco com óxido de bismuto (PCB) e o cimento Portland branco com óxido de bismuto e adição de sílica ativa (PCBS) passaram por caracterização física e química. Foram avaliadas as propriedades do MTA e dos cimentos Portland branco modificados, como a microdureza, dilatação térmica, tempo de presa e análise de pH. O MTA, o PCB e o PCBS apresentam composição química elementar e cristalina semelhantes. A faixa de pH é alcalina para os três cimentos. O menor tamanho de grãos do MTA é notável em relação aos outros cimentos. O MTA apresentou menor tempo de presa, maior calor de hidratação e maior dureza que os cimentos modificados. A adição de sílica ativa melhorou as propriedades do cimento Portland. Estudos que visam melhorar as propriedades do cimento Portland são necessários, já que esse cimento pode ser uma alternativa de substituição do MTA na clínica odontológica.

Palavras-chave: cimento Portland, MTA, sílica ativa

ABSTRACT

The mineral trioxide aggregate (MTA) is a dental cement mainly used in the field of endodontics. However, since their development, the material get a wide field of use in dentistry. Nowadays, it can be used in various dental procedures. The MTA has in its composition, components likes Portland's cement. The aim of the study was to verify the bifunctionality Portland's cement modified for use in dentistry. The research related to the direct use of Portland cement in dentistry showed similar results between the MTA and Portland cement on various parameters: biocompatibility, cytotoxicity and infiltration. The MTA, Portland cement with bismuth oxide (PCB) and Portland cement with bismuth oxide and silica (PCBS) passed a physical and chemical characterization. The properties of MTA and Portland cements modified as hardness, thermal expansion, setting time and pH analysis were evaluated. MTA, PCB and PCBS have similar elemental composition and crystal chemistry. The range of pH is alkaline for this three cements. The fineness of the MTA is remarkable compared to other cements. The MTA showed lower setting time, heat of hydration greater and greater hardness that cements composed of Portland cement. The addition of silica improved some properties of Portland cement. Studies aimed at improving the properties of Portland cement are required, since the Portland cement can be an alternative replacement of MTA in the dental clinic.

Keywords: Portland cement, MTA, silica

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Desenho esquemático que especifica os tecidos que constituem e circundam um dente	24
Figura 2 - Micrografia eletrônica de varredura e imagem do MTA	26
Figura 3 – Relação das partículas de óxido de bismuto nos cimentos	31
Figura 4 – Efeito físico da sílica ativa	50
Figura 5 – Efeito químico das partículas de sílica ativa	51
Figura 6 - Fluxograma do planejamento experimental	55
Figura 7 – Proporção utilizada no ensaio	61
Figura 8 – Ensaio de temperatura de hidratação	59
Figura 9 – Ensaio de lixiviação	63
Figura 10 – Recipiente utilizado para o ensaio de lixiviação	63
Figura 11 – Medida do diâmetro do corpo prova	64
Figura 12 – Medida da espessura do corpo de prova	64
Figura 13 – Estrutura utilizada para confecção dos corpos de prova	65
Figura 14 – Comprimento da forma	65
Figura 15 – Difratoograma do cimento MTA	68
Figura 16 – Difratoograma do cimento PCB	69
Figura 17 – Difratoograma do cimento PCBS	70
Figura 18 – Representação comparativa dos difratogramas dos cimentos	71
Figura 19 – Distribuição granulométrica do MTA	73
Figura 20 – Distribuição granulométrica do PCB	74
Figura 21 - Distribuição granulométrica do PCBS	75
Figura 22 – Gráfico da Isoterma do MTA	78
Figura 23 – Gráfico da Isoterma do PCB	79
Figura 24 – Gráfico da Isoterma do PCBS	79
Figura 25 – Gráfico da temperatura de hidratação dos cimentos	82
Figura 26 – Representação gráfica das oscilações de pH	85
Figura 27 – Curva de comparação para a liberação de Ca dos cimentos	88
Figura 28 – Curva de comparação para a liberação de Cl dos cimentos	88
Figura 29 – Curva de comparação para a liberação de Bi dos cimentos	89
Figura 30- Gráfico de dilatação/x/temperatura para o MTA após 3 horas de manipulação	92

Figura 31 – Gráfico de dilatação/x/temperatura para o PCB após 3 horas de manipulação	93
Figura 32 – Gráfico de dilatação/x/temperatura para o PCBS após 3 horas de manipulação	93
Figura 33 – Gráfico com a curva de dilatação/x/temperatura do MTA com 168h após a manipulação	94
Figura 34 – Gráfico com a curva de dilatação/x/temperatura do PCB com 168h após a manipulação	95
Figura 35 – Gráfico com a curva de dilatação/x/temperatura do PCBS com 168h após a manipulação	95

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Quantidade dos componentes dos cimentos Portland brancos.....	38
Tabela 2 – Exigências químicas para o cimento Portland branco	38
Tabela 3 – Exigências físicas e mecânicas para o cimento Portland branco	39
Tabela 4 – Características físicas e químicas da sílica ativa.....	54
Tabela 5 – Composição elementar das amostras pelo ensaio de fluorescência	66
Tabela 6 – Distribuição das partículas das amostras de MTA, PCB e PCBS.....	75
Tabela 7 – Análise por adsorção de nitrogênio por B.E.T.	77
Tabela 8 – Determinação do tamanho médio de poros e volume	77
Tabela 9 – Relação do tempo de presa inicial e final dos cimentos	81
Tabela 10 – Relação das temperaturas dos cimentos durante a hidratação	83
Tabela 11 – Valores das médias de pH para os cimentos	84
Tabela 12 – Registro do peso inicial e final dos corpos de prova.....	86
Tabela 13 – Elementos identificados na lixiviação e a concentração para o cimento MTA no ensaio	87
Tabela 14 – Elementos identificados na lixiviação e a concentração para o cimento PCB no ensaio	87
Tabela 15 – Elementos identificados na lixiviação e a concentração para o cimento PCBS no ensaio	87
Tabela 16 – Valores de microdureza encontrados para os cimentos MTA, PCB e PCBS em diferentes idades	90

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ABNT	– Associação Brasileira de Normas Técnicas
Al	– Alumínio
As (III)	– Arsênio trivalente
Al ₂ O ₃	– Alumina
Bi	– Bismuto
B.E.T	– Brunauer, Emmett, Teller
CA	– Califórnia
Ca	– Cálcio
Ca ₂ AlFeO ₅ /C ₄ AF	– Ferro aluminato tetracálcico
Ca ₃ Al ₂ O ₆ /C ₃ A	– Aluminato tricálcico
CaO	– Cal
CaO ₂	– Gás carbônico – anidrido carbônico
Ca(OH) ₂ /CH	– Hidróxido de cálcio
C-S-H	– Silicato de cálcio hidratado
Ca ₂ SiO ₄ /C ₂ S	– Silicato bicálcico
Ca ₃ SiO ₅ /C ₃ S	– Silicato tricálcico
CaCO ₃	– Carbonato de cálcio – calcário
Cl	– Cloro
CPA	– Cimento Portland com acelerador
CIV	– Cimento Ionômero de Vidro
CP	– Cimento Portland
CEFET-MG	– Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais
CETEC-SENAI	– Unidade do Serviço Nacional de Aprendizagem Industrial
Dycal	– Cimento Odontológico à base de hidróxido de cálcio
DL ₅₀	– Dose letal média
DEMAT	– Departamento de Engenharia de Materiais
DRX	– Difração de raios X
D ₁₀	– 10% do valor total das partículas

D ₅₀	– 50% do valor total das partículas
D ₉₀	– 90% do valor total das partículas
EDX	– Energy Dispersive X-ray Fluorescence
FRX	– Fluorescência de raios X
Fe ₂ O ₃	– Óxido de ferro
FDA	– Food and Drugs Administration
Fe	– Ferro
HV	– Dureza Vickers
H ₂ O	– Molécula de água
ISO	– International Organization For Standardization
IRM	– Material Restaurador Intermediário
IL	– Interleucina
K ₂ O	– Óxido de Potássio
K	– Potássio
MTA	– Agregado de Trióxido Mineral
MgO	– Magnésia – Óxido de magnésio
MG-63	– Tipo de célula osteoblasto-like
MEV	– Microscopia Eletrônica de Varredura
Mg	– Magnésio
Na ₂ O	– Óxido de sódio
NBR	– Norma Brasileira Registrada
O	– Oxigênio
pH	– Potencial hidrogeniônico
PCB	– Cimento Portland branco com óxido de bismuto
PCBS	– Cimento Portland branco com de óxido de bismuto e sílica
ativa	
PF	– Perda ao fogo
Pt	– Platina
RI	– Resíduo Insolúvel
Si	– Silício

SiO_2	– Sílica
SO_3	– Anidrido sulfúrico – Trióxido de enxofre
SaOS	– Tipo de célula Osteosarcoma
S	– Enxofre
Sr	– Estrôncio
TiO_2	– Óxido de Titânio

LISTA DE SÍMBOLOS

°C	– graus Celsius
%	– Porcentagem
®	– Registro

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	18
2 OBJETIVOS	21
2.1 Geral	21
2.2 Objetivos específicos	21
3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	22
3.1 Endodontia.....	22
3.2 Tecidos dentários e periapicais	22
3.2.1 Esmalte.....	22
3.2.2 Dentina	23
3.2.3 Polpa dental.....	23
3.2.4 Tecidos periapicais	23
3.3 Agregado de Trióxido Mineral – MTA	25
3.3.1 Composição do MTA	25
3.3.2 O processo de fabricação do MTA	27
3.3.3 Características do MTA	28
3.3.4 Aplicações do MTA.....	32
3.4 Cimento Portland	33
3.4.1 Composição do cimento Portland	34
3.4.2 Cimento Portland branco	36
3.4.3 Características do cimento Portland branco estrutural	37
3.4.3.1 Químicas	37
3.4.3.2 Físicas	39
3.4.4 Processo de fabricação do cimento Portland	40
3.4.5 Aplicações do cimento Portland na odontologia	42
3.5 Sílica ativa	49
4 METODOLOGIA.....	53
Caracterização dos cimentos	56
4.1 Amostras na condição pulverizada	56
4.1.1 Espectrometria de fluorescência de raios X (EDX).....	56
4.1.2 Difração de raios X	56
4.1.3. Granulometria a laser	57
4.1.4 Área superficial específica – BET	58

4.1.5 Atividade pozolânica – Método Chapelle modificado.....	58
4.2 Desenvolvimento e confecção dos corpos de prova.....	59
Caracterização dos corpos de prova	59
4.2.1 Corpos de prova no estado fresco.....	60
4.2.1.1 Tempo de presa.....	60
4.2.1.2 Temperatura de hidratação.....	60
4.2.2 Corpos de prova no estado endurecido	61
4.2.2.1 Análise de pH	61
4.2.2.2 Lixiviação	62
4.2.2.3 Microdureza	63
4.2.2.4 Dilatação térmica	64
5 RESULTADOS E DISCUSSÃO	66
5.1 Espectrometria de fluorescência de raios X (EDX)	66
5.2 Difração de raios X (DRX)	67
5.3 Granulometria a laser	73
5.4 Área Superficial – B.E.T.....	77
5.5 Atividade Pozolânica.....	81
5.6 Tempo de presa.....	81
5.7 Temperatura de hidratação.....	82
5.8 Análise de pH	84
5.9 Lixiviação	86
5.10 Microdureza	90
5.11 Dilatação.....	91
6 CONCLUSÕES	96
7 RELEVÂNCIA DOS RESULTADOS.....	97
8 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	97
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	99
ANEXO.....	106

1 INTRODUÇÃO

Os cimentos reparadores são utilizados com o objetivo de promover o selamento marginal e biológico de perfurações radiculares. O interesse em desenvolver um material que permita o selamento ideal tem se tornado um dos principais motivos para as pesquisas com cimentos reparadores.

O Agregado de Trióxido Mineral (MTA) é um material biocompatível que foi desenvolvido na Universidade de Loma Linda, Califórnia (CA) – Estados Unidos da América (EUA), pelo Dr. Mahmoud Torabinejad. Foi usado experimentalmente, com sucesso, por endodontistas durante vários anos e aprovado pela Food and Drug Administration (FDA) – EUA – em 1998 (TORABINEJAD et al. 1999 *apud* NASCIMENTO e SILVA, 2000).

O material foi desenvolvido com o objetivo principal de selar as áreas de comunicação da parte interna do dente com o ambiente externo. É amplamente utilizado na terapia endodôntica como material de capeamento pulpar, obturador de canais e nos casos de perfurações dentais, as quais devem ser seladas e isoladas do contato com meio externo com a finalidade de evitar lesões ósseas e perda de tecidos do ligamento periodontal. Por apresentar uma boa capacidade de selamento e ser biocompatível, o MTA passou a ser referência de utilização nesses casos.

O MTA foi comparado com outros materiais que são usados com a mesma finalidade clínica do cimento. Segundo Islam et al. (2006), o MTA tem se mostrado superior ao amálgama, ao Material Restaurador Intermediário (IRM) e ao cimento Super-EBA em sua capacidade seladora frente a corantes, bactérias e endotoxinas; é biocompatível e induz a formação de osso e cimento. Lee et al. (1993) *apud* Nascimento e Silva (2000), constataram através de um estudo que o MTA apresenta menor infiltração quando comparado ao IRM e Amálgama. Além dessa superioridade, o MTA não apresenta alteração na sua capacidade seladora na presença de contaminação por sangue. Gandolfi et al. (2009) afirmam que os cimentos que contêm silicato de cálcio, como o MTA e outros cimentos à base de cimento Portland, são compostos por partículas hidrófilas de silicato dicálcico e silicato tricálcico, principalmente,

sendo considerados cimentos hidráulicos capazes de serem colocados em contato com sangue ou outros fluidos sem apresentarem modificações no selamento oferecido pelos cimentos.

Embora o MTA tenha muitas propriedades favoráveis, existem algumas desvantagens. O tempo de presa do MTA tem sido relatado como sendo cerca de 3 a 4 horas. Isso pode prejudicar a aplicação do material. Segundo Santos et al. (2008), uma das dificuldades relatadas pelos dentistas ao usar o MTA é a difícil manipulação e o longo tempo de presa. Kogan et al. (2006) afirmam que o MTA tem propriedades como a biocompatibilidade e pH alcalino que favorecem o seu uso na clínica odontológica, mas o tempo de presa ocorre cerca de três horas após a manipulação. Essas características são tidas como um comportamento indesejável do MTA, pois o contato do material com um ambiente úmido, sem ter definido as suas propriedades, pode propiciar o desempenho do cimento inferior ao desejado.

O cimento odontológico (MTA) apresenta componentes em sua composição que são semelhantes aos componentes principais do cimento Portland. Segundo Islam et al. (2006), o MTA é composto por silicato tricálcico, silicato dicálcico, aluminato tricálcico, aluminoferrita tetracálcico e óxido de bismuto. De acordo com Taylor (1997), o cimento Portland é composto, principalmente, por silicato tricálcico, silicato dicálcico, aluminato tricálcico e aluminoferrita tetracálcico.

Os cimentos MTA e cimento Portland apresentam similaridade na composição e em outras propriedades. Islam et al. (2006) estudaram a comparação entre as propriedades físicas e mecânicas do MTA e do cimento Portland e concluíram que o cimento Portland tem potencial para ser desenvolvido como um material obturador de canais, mas é preciso desenvolver estudos que possam melhorar a resistência à compressão e tempo de presa. Kogan et al. (2006) realizaram um ensaio comparativo entre o MTA e o cimento Portland. De acordo com os autores, não foi encontrada nenhuma diferença significativa entre os dois materiais, exceto pela presença de óxido de bismuto no MTA. Além disso, os autores encontraram respostas teciduais semelhantes para os materiais, assim como Garcia et al. (2011), que relataram o cimento Portland como um material biocompatível e caracterizado pela ausência de inflamação em tecidos tratados com esse material.

Tendo em vista a importância da aplicação do MTA na Odontologia e de sua similaridade em relação à composição e propriedades com o cimento Portland, bem como considerando que este é uma substância ligante de baixo custo comparado ao MTA, o desenvolvimento de estudos sobre a biofuncionalidade de cimentos à base de cimento Portland é uma contribuição necessária a fim de se investigar a possibilidade de material alternativo para os casos clínicos tratados apenas com MTA.

Nesse sentido, a principal inovação na caracterização do MTA e dos cimentos Portland está na adição de sílica ativa com o objetivo de investigar a influência desse material pozzolânico fino nas propriedades do cimento Portland. Outros trabalhos (LEE et al., 2011; CAMILLERI et al., 2011) mencionam a menor granulometria do MTA em relação ao cimento Portland. O menor tamanho de partículas dos aglomerantes afeta as propriedades de velocidade de hidratação, trabalhabilidade, resistência e retração (MEHTA e MONTEIRO, 1994; NEVILLE, 1997). Sendo assim, o estudo da interação da sílica ativa com o cimento Portland é importante para avaliar a biofuncionalidade dos cimentos à base desse material.

2 OBJETIVOS

2.1 Geral

Esse estudo tem como objetivo o desenvolvimento de cimentos à base de cimento Portland branco estrutural, para fins odontológicos, com características similares ao MTA.

2.2 Objetivos específicos

Quanto aos objetivos específicos pretende-se:

- Verificar a influência da adição de sílica ativa no cimento Portland e a sua atividade pozolânica.
- Caracterizar os cimentos a partir da avaliação da composição, tamanho de grãos e área superficial específica.
- Avaliar os elementos lixiviados.
- Avaliar propriedades e comportamento térmico dos cimentos.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 Endodontia

De acordo com De-Deus (1982), a endodontia envolve estudos, condições ou intervenções dentro do dente e no periápice. A endodontia apresenta um campo de ação que inclui o estudo clínico-patológico das alterações ou enfermidades da polpa dental e do periápice relacionado com as repercussões, tratamentos e obturação de canais radiculares e cirurgias endodônticas.

A endodontia é parte integrante da odontologia, nascida com a própria medicina – de raízes biológicas profundas. (DE-DEUS, 1982).

Para Stock et al. (1996), a endodontia pode ser definida como o ramo da ciência dental que abrange o estudo da forma, função, saúde, injúrias e doenças da polpa dental e região perirradicular e o tratamento.

O tratamento endodôntico está relacionado com os procedimentos que se propõe a manter a saúde do tecido pulpar ou parte dele. O tratamento visa manter ou restaurar a saúde dos tecidos perirradiculares, normalmente pelo tratamento do canal radicular e, em alguns casos, surge necessidade de uma combinação com cirurgia apical. (STOCK et al., 1996).

3.2 Tecidos dentários e periapicais

3.2.1 Esmalte

O esmalte dentário é um tecido mineralizado. É um componente dos dentes que, em situações de normalidade, é visualizado na cavidade oral. Esse tecido é suportado pela dentina. Aproximadamente, 96% da composição do esmalte são minerais, o restante é composto de água e materiais orgânicos. A coloração do esmalte dentário varia de amarelo claro ao branco acinzentado. O esmalte é um tecido translúcido que apresenta espessura que varia ao longo da superfície dentária, sendo mais espessa nas cúspides e mais fina na junção amelo-cementária. O esmalte não

apresenta colágeno em sua composição. O mineral integrante primário da sua estrutura é a hidroxiapatita (SOTCK et al., 1996).

3.2.2 Dentina

De acordo com Stock et al. (1996), a dentina é um tecido conjuntivo especializado de origem mesenquimal. Os odontoblastos, altamente diferenciados e especializados a depositam. A dentina é formada por muitos túbulos que irradiam da polpa dental ao esmalte na coroa e ao cimento na raiz.

3.2.3 Polpa dental

Segundo Stock et al. (1996), a polpa dental é um tecido conjuntivo, como qualquer um presente no corpo. Constituída de células, substância intercelular e suprimento vascular e nervoso. A polpa está envolvida por um tecido duro rígido. Tem a função de formar novas células e de funcionar como um sistema de defesa para o dente. Pode ser definida como um órgão sensor, capaz de detectar a doença e emitir a sintomatologia da dor.

3.2.4 Tecidos periapicais

O cimento, ligamento periodontal e osso alveolar formam os tecidos periapicais.

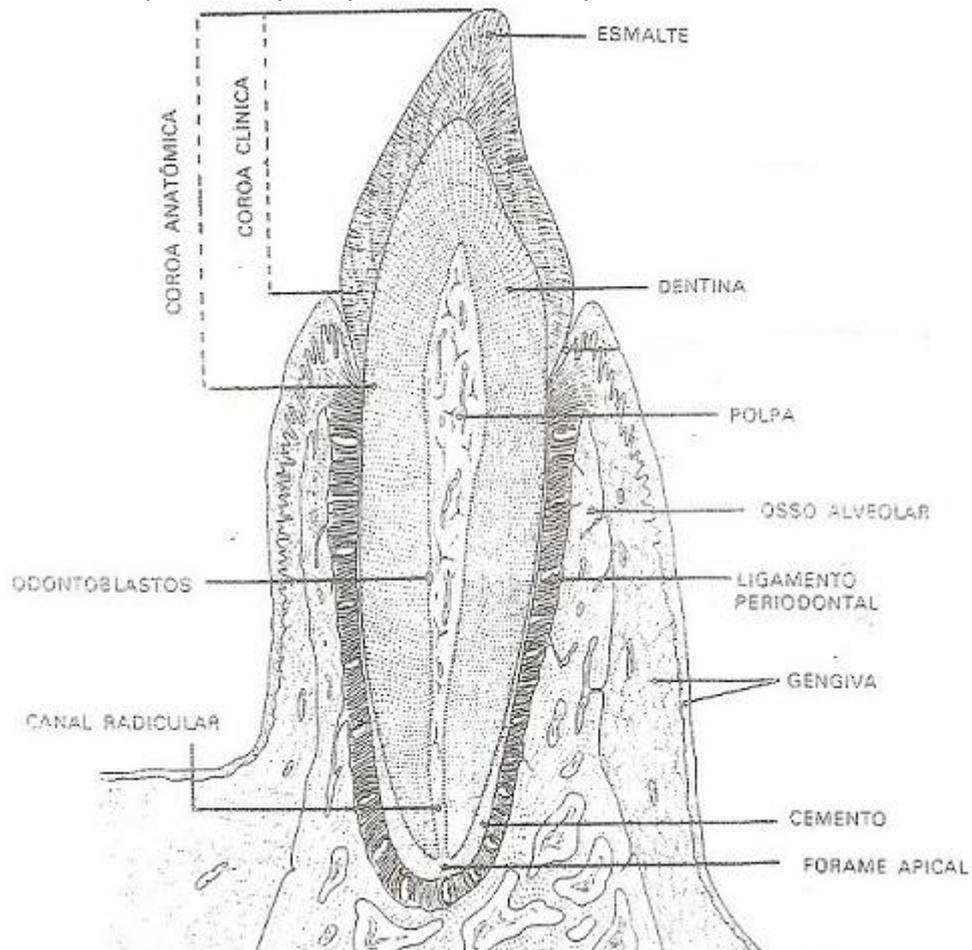
- **Cimento** – é o tecido que cobre a dentina radicular. De acordo com Stock et al. (1996), o cimento é principalmente formado de tecido inorgânico e é mais impermeável do que a dentina. Esse tecido garante a conexão das fibras do ligamento periodontal que diminui o impacto do dente no osso alveolar.
- **Ligamento periodontal** – é um tecido conjuntivo denso fibroso que suporta o dente e ligamentos no seu alvéolo. O colágeno é o principal componente desse tecido. Os nervos presentes nesse tecido são capazes de transmitir sensações de dor, toque e pressão. (STOCK et al., 1996).

- Osso alveolar – é o tecido ósseo que suporta os dentes. É a outra conexão para as fibras e o ligamento peridontal. É constituído por duas lâminas de osso cortical e o espaço entre as duas é preenchido por osso esponjoso. (STOCK et al., 1996).

A figura 1 ilustra uma representação didática da constituição do dente e dos tecidos circundantes.

O material obturador ideal deve ser capaz de promover selamento hermético do sistema de canais radiculares, deve ser biocompatível com os tecidos periapicais, não-reabsorvível, ter fácil manuseio e ser capaz de estimular a regeneração tecidual.

Figura 1- Desenho esquemático que especifica os tecidos que constituem e circundam um dente



Fonte: De-Deus (1982)

3.3 Agregado de Trióxido Mineral – MTA

O Agregado de Trióxido Mineral (MTA) foi introduzido em 1993, pela Universidade de Loma Linda, Califórnia – Estados Unidos. Desde o desenvolvimento da primeira formulação do cimento MTA até os dias atuais, este material vem sendo utilizado para vários procedimentos clínicos (FREDERICO et al., 2006). Quando introduzido no mercado, o objetivo principal do cimento MTA era selar as perfurações que poderiam ocorrer acidentalmente, na base da câmara coronária, durante a realização de um procedimento endodôntico ou na preparação do elemento dentário para pino intra-canal. Atualmente, esse cimento tem sido utilizado em outras situações clínicas, aumentando, assim, seu campo de utilização na prática odontológica.

3.3.1 Composição do MTA

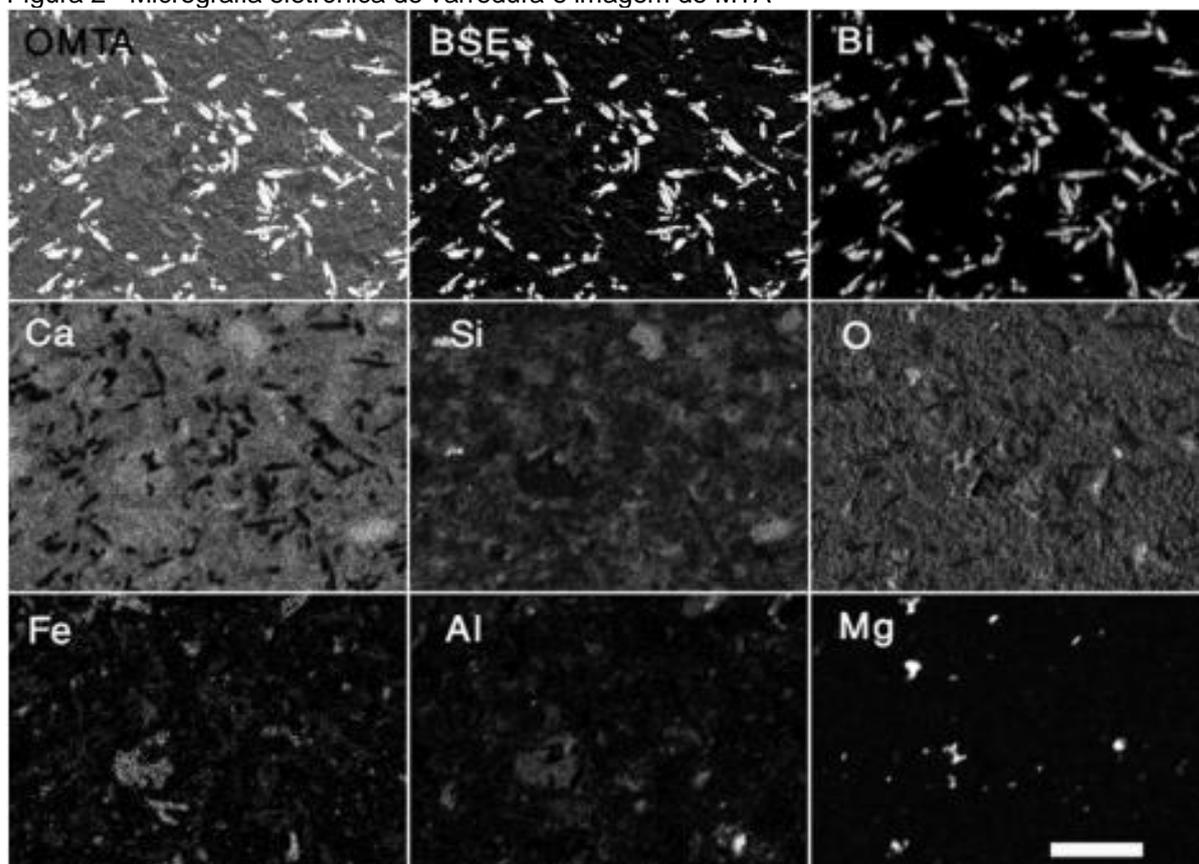
Segundo Lee et al. (1993) *apud* Nascimento e Silva (2000), o MTA é um pó constituído de partículas hidrofílicas de silicato tricálcico, aluminato tricálcico, óxido tricálcico, óxido de silicato e óxido de bismuto, cuja presa está relacionada à presença de umidade. O MTA, de acordo com Torabinejad et al. (1994) *apud* Frederico et al. (2006), é constituído por um pó de partículas finas e hidrofílicas que em presença de água, forma uma pasta que se solidifica em torno de 4 horas após a sua manipulação. O óxido de bismuto é adicionado ao MTA a fim de lhe conferir maior radiopacidade.

A versão comercial ProRoot MTA (Dentsply Tulsa Dental) de acordo com Storm et al. (2008), foi introduzida em 1998, e consiste de 75% de cimento Portland, 20% de óxido de bismuto e 5% de gesso, em peso.

De acordo com Hwang et al. (2011), o MTA é essencialmente de cimento Portland com a proporção de quatro partes de cimento Portland para uma parte de óxido de bismuto (04:01). De acordo com Costa e Silva (2009) *apud* Hwang et al. 2011, o MTA é composto de 53,1% de silicato tricálcico, 22,5% de silicato dicálcico, óxido de bismuto 21,6% e pequena quantidade de sulfato de cálcio.

Os silicatos tricálcico e dicálcico são os principais componentes de cimento Portland. A figura 2 ilustra a micrografia eletrônica de varredura e imagem do MTA, apresentando imagens digitais da composição dos elementos Bi, Ca, Si, O, Fe, Al e Mg, que são elementos presentes na composição do MTA.

Figura 2 - Micrografia eletrônica de varredura e imagem do MTA



Fotomicrografia e imagens digitais da morfologia dos elementos Bi, Ca, Si, O, Fe Al e Mg
 Fonte: Asgary et al. (2009)

O MTA apresenta-se como um pó branco ou cinza. O MTA branco foi desenvolvido pela Dentsply Tulsa Dental em 2002. Pode-se dizer que o MTA branco é a versão melhorada do MTA cinza, pois o MTA branco apresenta melhor estética que o MTA de cor cinza, uma vez que este está propenso a escurecer os tecidos que o recobrem.

Segundo Storm et al. (2008), o MTA branco difere do MTA cinza na proporção de tetracálcico aluminoferrita que é maior no MTA cinza.

3.3.2 O processo de fabricação do MTA

Segundo Darvell e Wu (2011), o processo de fabricação do MTA é igual ao do cimento Portland. As matérias-primas, calcário, xisto ou argila e bauxita, são triturados e misturados nas proporções ideais, e aquecidas gradualmente em um forno rotativo de 1400-1500°C. A água livre é evaporada, a decomposição (calcinação) de CaCO_3 e argila segue, perdendo, obrigatoriamente, H_2O e CO_2 , para produzir o chamado clínquer na forma de nódulos esféricos com tamanhos de 1 - 25mm. A quase total ausência de ferrita e fases de aluminato, que servem para diminuir a temperatura de clinquerização, levou Camilleri (2008), a questionar se uma produção em laboratório assumiria uma clinquerização semelhante. Após arrefecimento, sulfato de cálcio é adicionado à mistura que se apresenta como um pó muito fino.

No MTA, o sulfato é relatado estar presente sob a forma de gesso, que é o sulfato de cálcio hidratado, mas a proporção de gesso no MTA é cerca da metade da proporção de gesso encontrada no cimento Portland (DARVELL e WU, 2011).

O clínquer é transformado em um pó muito fino para utilização. Segundo Darvell e Wu (2011), é nessa fase de moagem que o sulfato de cálcio, tipicamente na forma di-hidrato (gipsita), pode ser incorporado como um meio de controlar a taxa da reação de fixação.

Segundo Saghiri et al. (2010), a hidratação do MTA produz hidróxido de cálcio e silicato de cálcio hidratado.

3.3.3 Características do MTA

Segundo Schwartz et al. (1999) citado por Nascimento e Silva (2000), o MTA parece ser o material ideal para ser usado junto ao osso, por ser o único que consistentemente permite o crescimento do cimento, formação óssea e ainda facilita a regeneração do ligamento periodontal. Este cimento é um material biocompatível, com capacidade osteoindutora, promove um selamento marginal adequado, prevenindo infiltrações, e apresenta efeito antimicrobiano (DOTTO et al. 2006).

A reação química que ocorre do MTA com a água leva à formação de óxido de cálcio e fosfato de cálcio. O óxido de cálcio reage com os fluidos teciduais e ocorre a formação de hidróxido de cálcio. A partir desse processo, ocorre uma reação do hidróxido de cálcio com o CO_2 da corrente sanguínea formando o carbonato de cálcio. Uma matriz extracelular, rica em fibronectina, é secretada em íntimo contato com esses cristais formando o passo inicial da formação do tecido duro. O MTA estimula a produção de citocinas (interleucinas), que estão diretamente envolvidas na estimulação de células formadoras de tecido mineralizado, como tecido ósseo e dentinário. A deposição de tecido mineralizado perto do MTA ocorre por causa da sua capacidade de selamento evitando contaminação bacteriana, biocompatibilidade e alcalinidade (DUDA e LOSSO, 2005).

O MTA tem boa capacidade de selamento e permite o processo de reparo em diversas situações, induzindo a deposição de tecido dentinário, cementário e/ou ósseo (BRITO-JÚNIOR et al., 2011).

Brito-Júnior et al. (2011) afirmam que o MTA não apresenta potencial carcinogênico e não interfere na resposta imune mediada por macrófagos. A maioria das bactérias presentes no sistema do canal radicular crescem melhor em um pH cerca de 6,5 a 7,5, e um pH superior a 9 poderá, reversivelmente ou irreversivelmente, inativar as enzimas da membrana das células dos microrganismos. Por apresentar pH elevado, o MTA irá manifestar a característica de um material antimicrobiano, pois, o meio alcalino irá causar a inativação das enzimas da membrana celular de algumas bactérias.

A contaminação por sangue no ato da inserção não afeta a capacidade de selamento do MTA. O mesmo pode ser utilizado em meio úmido, devido às suas características hidrofílicas, sendo a umidade a responsável pela ativação da reação química de endurecimento do material. Assim, o MTA apresenta excelentes resultados clínicos/biológicos (SILVA NETO e MORAES, 2003). A umidade provoca uma expansão do material melhorando o selamento.

Segundo Frederico et al. (2006), o fato do MTA possuir partículas hidrofílicas favorece a sua utilização em meios úmidos, pois a umidade do tecido circundante age como ativador da reação química quando entra em contato com o cimento.

A fácil manipulação do MTA representa uma excelente vantagem desse material. O MTA deve ser manipulado imediatamente antes de ser usado. Torabinejad et al. (1995) *apud* Belardinelli et al. (2007), mostraram que o MTA estimula a formação tecidual adjacente à polpa dental.

O cimento MTA exibe boas propriedades biológicas quando comparado com outros cimentos utilizados na clínica odontológica, mas as propriedades físicas desse material necessitam ser modificadas para facilitar sua inserção na cavidade. Visando analisar as propriedades físicas e químicas do MTA, Torabinejad et al. (1995) citado por Belardinelli et al. (2007) compararam a resistência à compressão, tempo de presa, pH, radiopacidade e solubilidade do MTA com outros materiais utilizados para retro-obturações: o amálgama, o SuperEBA e o Material Restaurador Intermediário (IRM). Neste estudo os autores concluíram que o MTA apresenta íons de cálcio e fosfato que influenciam no pH. O pH inicial é de 10,2, com picos de 12,5 após 3h de manipulação. Em relação à resistência à compressão, os resultados do estudo demonstraram que após 24h, o MTA resiste a 40MPa de compressão e após 21 dias resiste a 67MPa, mesmo resultado encontrado por Duda e Losso (2005). Os resultados mostraram que o MTA apresenta um bom selamento marginal, mas a quantidade de material que sai após a sua inserção e condensação no local da perfuração é grande. Isso pode ser explicado pelo longo tempo de presa do MTA que requer de 3 a 4 horas para obter o tempo de presa final e selamento satisfatório (LEE et al., 1993 e WELDON et al., 2002 citados por BELARDINELLI et al., 2007).

De acordo com Duda e Losso (2005), a taxa de microinfiltração do MTA começa a diminuir após 24 horas. Os autores afirmam que o MTA não manifesta nenhum sinal de solubilidade à água.

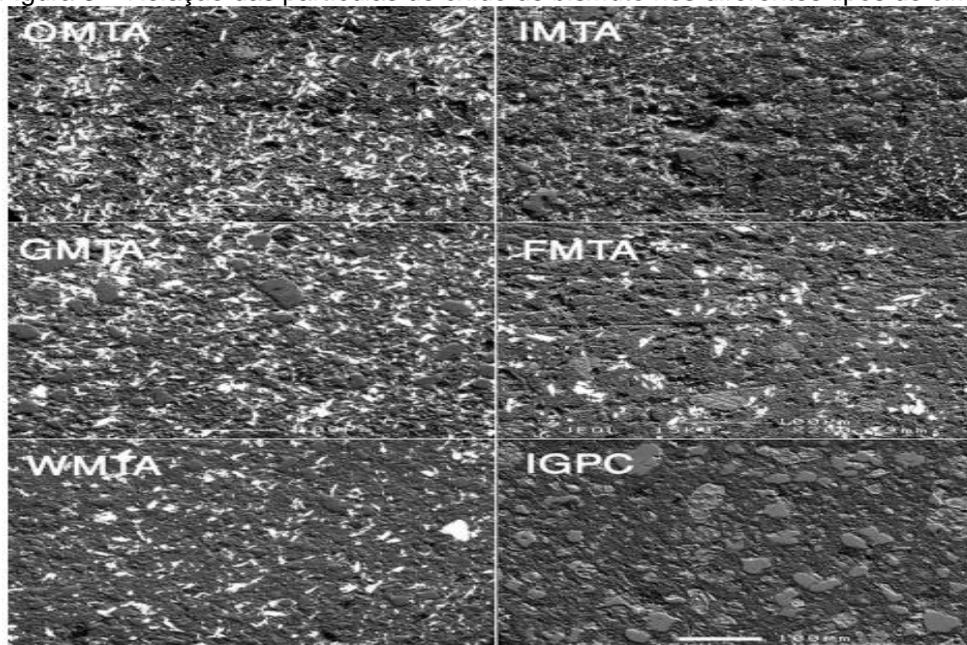
O fato do MTA não ser uma pasta, como o pó de hidróxido de cálcio PA, atribui-lhe vantagens. Sendo cimento, não há o risco de dissolução do material em contato com os líquidos teciduais. Como desvantagens, o MTA apresenta tempo de presa retardado, características de manuseamento pobres e é caro para uso clínico (DUDA e LOSSO, 2005).

De acordo com Vosoughhosseini (2008), depois da reação de hidratação, os subprodutos de cálcio insolúvel, o silicato hidratado e o hidróxido de cálcio provenientes do MTA, irão proporcionar as características de estabilidade, de capacidade de vedação, de propriedades antimicrobianas, de biocompatibilidade e a capacidade de favorecer a formação de tecido duro.

Segundo Ji et al. (2011), de acordo com o princípio de Le Chatelier, a adição de eletrólitos à base de cálcio, com a finalidade de aceleração da hidratação do MTA, tende a suprimir a ionização do hidróxido de cálcio. Assim, a porcentagem de dissociação das hidroxilas tende a diminuir. O pH da solução irá diminuir devido ao efeito do íon comum. Por esse motivo, a adição de um acelerador à base de cálcio não representaria uma boa condição para o MTA.

O MTA é um material radiopaco. Esta característica acontece devido à presença de óxido de bismuto em sua composição. Na figura 3, pode-se visualizar a presença de partículas de óxido de bismuto nos diferentes tipos de MTA e a sua ausência no cimento Portland (ASGARY et al., 2009).

Figura 3 – Relação das partículas de óxido de bismuto nos diferentes tipos de cimentos.



Presença de partículas de óxido de bismuto brancas nos MTA (OMTA; IMTA; GMTA; FMTA; WMTA) e a ausência no cimento Portland (IGPC).
 Fonte: Asgary et al. (2009).

A radiopacidade é uma característica comum de alguns materiais utilizados para os procedimentos da endodontia. No MTA o radiopacificador presente é o óxido de bismuto. Torabinejad et al. (1999) *apud* Nascimento e Silva (2000), analisando o MTA, verificaram que a radiopacidade do cimento MTA é correspondente a 7,17 mm de alumínio, percentual maior que o mínimo recomendado pela ISO 6876.

Segundo Camilleri (2008), o óxido de bismuto, adicionado como um radiopacificador, afeta o mecanismo de hidratação do MTA, uma vez que ele entra na parte estrutural do silicato de cálcio, afetando assim, a precipitação do hidróxido de cálcio no cimento hidratado.

O tamanho de partícula do MTA é relatado por Lee et al. (2011) com faixa granulométrica variando de 1-10µm para o pó de MTA. Camilleri et al. (2011)^(a) relataram que o pó de MTA possui partículas inferiores a 1mm e a aproximadamente 30µm, antes da hidratação.

A característica de manipulação do cimento Portland também é dependente do seu tamanho e da forma das partículas.

A relação água-pó pode influenciar no aumento ou diminuição da porosidade da pasta. As relações água-pó superiores aumentam a porosidade e a solubilidade do MTA (DARVELL e WU, 2011). A porosidade é uma característica inconveniente no MTA, pois a formação de poros pode permitir a penetração de bactérias.

Segundo Camilleri (2008)^(b), a microdureza do MTA pode ser influenciada por vários fatores, como o pH do ambiente, a espessura do material, a pressão de condensação, a quantidade de ar retido na mistura, a umidade, o ataque ácido do material e a temperatura. De acordo com Pairokh e Torabinejad (2010), as amostras de MTA branco mantidas em lugares secos, sem umidade, apresentaram uma diminuição na resistência à compressão. Vários fatores podem influenciar a resistência à compressão do MTA, incluindo o tipo de MTA, o líquido que é misturado com o material, a pressão de condensação sobre o material, o valor de pH da mistura e o armazenamento do MTA. Para os autores, uma pressão maior durante a condensação do MTA provocará diminuição da dureza do material, assim como menor umidade, valores baixos de pH e ação de um quelante.

3.3.4 Aplicações do MTA

Por apresentar ótima biocompatibilidade, o MTA vem sendo utilizado em vários procedimentos na odontologia. Segundo Gomes-Filho et al. (2008), estudos têm demonstrado que o MTA promove respostas teciduais favoráveis caracterizadas pela ausência de graves respostas inflamatórias, presença de cápsula fibrosa e estímulo da atividade de reparação de tecido mineralizado.

O MTA é um cimento que tem como finalidade selar todos os caminhos de comunicação entre o sistema de canais radiculares e a superfície externa do dente (NASCIMENTO e SILVA, 2000). Esse cimento também tem sido utilizado como material obturador endodôntico, selador apical em apicetomias associada com obturação retrógrada, material capeador para pulpotomias de dentes decíduos e permanentes jovens e capeamento pulpar direto (MAROTO et al., 2003).

Segundo Estima et al. (2009), o MTA apresenta algumas características em pulpotomias de molares decíduos; entre elas pode-se citar: a não produção de sinais e sintomas de patologia pulpar preservando a vitalidade dos filetes remanescentes radiculares da polpa e a eficácia do MTA. Silveira Júnior e Tognoli (2011) relatam que o MTA apresenta resultados tão positivos para pulpotomias que passou a ser considerado agente ideal para esse procedimento em termos da formação de pontes de dentina.

Segundo Frederico et al. (2006), uma limitação para a aplicação do cimento MTA atualmente tem sido o alto custo. Esse fator impede a utilização do MTA em vários procedimentos clínicos que teriam indicações.

3.4 Cimento Portland

Cimento Portland é o produto obtido pela pulverização de clínquer constituído essencialmente de silicatos hidráulicos de cálcio, com certa proporção de sulfato de cálcio natural, contendo, em alguns casos, adições de certas substâncias que modificam suas propriedades ou favorecem o seu emprego. O clínquer é uma fabricação de natureza granulosa, resultante da calcinação conduzida até a temperatura de sua fusão incipiente (OLIVEIRA, 2003).

O Cimento Portland pode ser definido como um pó fino, que apresenta propriedades aglomerantes, aglutinantes ou ligantes, ou seja, tem a capacidade de se juntar a outros materiais e desenvolver resistência no material resultante. É um material que endurece sobre ação de água.

Segundo a Associação Brasileira de Cimento Portland (2002), a origem do cimento ocorreu há cerca de 4.500 anos. As construções do Egito antigo já usavam uma liga constituída por uma mistura de gesso calcinado que, de certa forma, pode ser definida como a origem do cimento. As grandes obras gregas e romanas, como o Panteão e o Coliseu, foram construídas com o uso de terras de origem vulcânicas, que possuíam propriedades de endurecimento sobre ação de água. Em 1758, o inglês Smeaton conseguiu desenvolver um produto de alta resistência, a partir da

calcinação de calcários moles e argilosos. Em 1918, o francês Vicat obteve resultados análogos ao de Smeaton pela mistura de componentes argilosos e calcários, e, por esse motivo, é considerado o inventor do cimento artificial. Seis anos depois, outro inglês, Joseph Aspdin patenteou o cimento. Esse cimento recebeu o nome – Portland - por apresentar cor e propriedades de durabilidade e físicas similares às das rochas da ilha britânica de Portland. No Brasil, a produção e inserção do cimento Portland no mercado só ocorreu em 1926. Até essa data, o consumo de cimento do país dependia do produto importado. A partir do momento em que surgiram novas fábricas a produção nacional foi aumentando diminuindo, pouco a pouco, a participação dos produtos importados. Hoje em dia, a importação de cimento, praticamente, desapareceu (BATAGIN, 2009 *apud* ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE CIMENTO PORTLAND, 2002).

3.4.1 Composição do cimento Portland

O cimento Portland é composto de clínquer e de adições que podem variar de um tipo de cimento para o outro. O clínquer é o principal componente e está presente em todos os tipos de cimento Portland (BATAGIN, 2009 *apud* ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE CIMENTO PORTLAND, 2002).

De acordo com Oliveira (2003), os constituintes fundamentais do cimento Portland são a cal (CaO), a sílica (SiO₂), a alumina (Al₂O₃), o óxido de ferro (Fe₂O₃), certa proporção de magnésia (MgO) e uma pequena porcentagem de anidrido sulfúrico (SO₃), que é adicionado após a calcinação para desacelerar o tempo de presa do produto. O cimento Portland apresenta impurezas como constituintes menores, óxido de sódio (Na₂O), óxido de potássio (K₂O), óxido de titânio (TiO₂) e outras substâncias menos significativas.

Segundo Taylor (1997), o clínquer é misturado com uma pequena porcentagem de sulfato de cálcio. Essa mistura é finamente moída, para poder fabricar o cimento.

O clínquer tem, basicamente, a composição de 67% de CaO, 22% de SiO₂, 5% de Al₂O₃, 3% de Fe₂O₃ e 3% de outros componentes, como o MgO, SO₃, Na₂O, K₂O e TiO₂, aproximadamente. O cimento Portland é constituído, principalmente por: silicato tricálcico (Ca₃SiO₅), silicato bicálcico (Ca₂SiO₄), aluminato tricálcico

($\text{Ca}_3\text{Al}_2\text{O}_6$) e uma fase que se aproxima do ferro aluminato tetracálcico ($\text{Ca}_2\text{AlFeO}_5$). Esses compostos se formam em temperaturas de, aproximadamente, 1300°C a 1500°C , através das reações entre a cal, de um lado, e da alumina, sílica e óxido de ferro de outro lado.

As adições são outras matérias-primas que, ao serem misturadas ao clínquer na fase de moagem, permitem a diversificação dos cimentos Portland disponíveis no mercado. Essas outras matérias-primas são o gesso, as escórias de alto-forno, os materiais pozolânicos e os materiais carbonáticos (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE CIMENTO PORTLAND, 2002).

Normalmente, o cimento Portland contém quatro fases principais: alita, belita, aluminato e ferrita. Outras fases, como sulfatos alcalinos e óxidos de cálcio, estão presentes em pequenas quantidades (TAYLOR, 1997).

A alita - silicato tricálcico (Ca_3SiO_5) - é a principal fase do cimento Portland. Essa fase constitui cerca de 50 a 70% do cimento Portland (TAYLOR, 1997). De acordo com Morávia (2006), o silicato tricálcico participa na produção do calor de hidratação, interfere no tempo de presa e é o principal componente responsável pela resistência em curto prazo no primeiro mês de cura, principalmente. Oliveira (2003) afirma que o silicato tricálcico é o maior responsável pela resistência em todas as idades e, especialmente, até o fim do primeiro mês de cura.

Belita, que constitui, cerca de, 15 a 30% do cimento Portland, é constituída pelo silicato bicálcico - Ca_2SiO_4 - (TAYLOR, 1997). Segundo Morávia (2006), o silicato bicálcico é o principal responsável pela resistência do cimento em longo prazo. Essa fase adquire maior importância no processo de endurecimento a partir de um longo período. De acordo com Oliveira (2003), essa fase é responsável pelo ganho de resistência a um ano ou mais.

De acordo com Taylor (1997), o Aluminato constitui 5 a 10% do clínquer do cimento Portland. É composto por aluminato tricálcico ($\text{Ca}_3\text{Al}_2\text{O}_6$). Ele é o principal componente que interfere no tempo de presa e atua como fundente na fabricação do

cimento Portland (MORÁVIA, 2006); e também contribui para a resistência, especialmente no primeiro dia (OLIVEIRA, 2003).

Segundo Taylor (1997), a ferrita constitui cerca de 5 a 15% do clínquer é constituído pelo ferro aluminato tetracálcico ($\text{Ca}_2\text{AlFeO}_5$). De acordo com Morávia (2006), esse componente atua como um fundente. Oliveira (2003) afirma que esse componente não contribui em nada para a resistência.

Para Cánovas (1988), o aluminato tricálcico e o ferro aluminato tetracálcico pouco contribuem para a resistência, entretanto, ambos componentes são mineralizadores e tornam possível o cozimento dos cimentos em temperaturas industrialmente acessíveis.

O teor de MgO é geralmente limitado a 4-5%, pois as quantidades desse componente acima de 2% podem formar o periclásio (óxido de magnésio), o qual através de uma reação lenta com a água pode causar uma expansão destrutiva do concreto endurecido. Cal livre (óxido de cálcio) pode comportar de maneira semelhante. O conteúdo excessivo de SO_3 também pode causar expansão. Álcalis como o K_2O e Na_2O podem sofrer reações expansivas com certos agregados (TAYLOR, 1997).

Existem vários tipos de cimento Portland com diferentes características. As variáveis mais importantes são a velocidade de endurecimento, a velocidade de desprendimento de calor, a quantidade de calor desprendido durante a hidratação e a resistência do cimento endurecido no ataque de soluções de sulfatos. Essas características são influenciadas pelas proporções relativas das quatro fases (alita, belita, aluminato e ferrita) e por fatores físicos, como a finura alcançada na moagem (TAYLOR, 1997).

3.4.2 Cimento Portland branco

Os cimentos Portland brancos são feitos através do aumento da proporção de Al_2O_3 para Fe_2O_3 (TAYLOR, 1997).

O cimento Portland branco se diferencia dos demais tipos de cimento pela sua coloração. É classificado em dois subtipos: cimento Portland branco estrutural e cimento Portland branco não estrutural (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE CIMENTO PORTLAND, 2002).

O cimento Portland branco estrutural é indicado para obras em geral: revestimentos coloridos e texturizados; pátinas e mosaicos; pisos industriais, comerciais e residenciais; argamassa para assentar pedras naturais, mármore e granitos; concretos de uso geral; pisos, telhas e blocos (VOTORANTIM, 2009). De acordo com a Associação Brasileira de Cimento Portland (2002), esse cimento pode ser utilizado para fins arquitetônicos e já possui classes de resistência 25, 32 e 40, similares às dos demais tipos de cimento. Já o cimento Portland branco não estrutural não tem indicações estruturais, é indicado apenas para utilizações como argamassas, rejuntamentos de peças cerâmicas, pedras naturais e pastilhas.

A vantagem na utilização do cimento Portland branco estrutural, em relação ao cimento Portland cinza tradicional, é principalmente relacionada à estética.

3.4.3 Características do cimento Portland branco estrutural

3.4.3.1 Químicas

O cimento Portland branco estrutural é produzido a partir da pulverização do clínquer próprio de cimento Portland branco, no qual há a diminuição do teor de ferro do clínquer. Os teores de óxidos de ferro e manganês deste cimento devem ser inferiores a 0,5% em massa. Essas condições são obtidas pela utilização de rochas carbonatadas sem ferro como matéria-prima na fabricação do cimento. Além disso, são utilizados moinhos especiais de bolas com revestimentos e bolas de cerâmica para triturar a mistura da matéria-prima e um combustível limpo tal como óleo ou gás para a produção do clínquer em atmosfera redutora na zona de alta temperatura do forno rotativo de cimento (MEHTA E MONTEIRO, 1994; OLIVEIRA, 2003).

No Brasil, a norma NBR 12989 (ABNT, 1993) especifica alguns limites de teores dos componentes e exigências químicas que podem ser visualizadas nas tabelas 1 e 2.

Tabela 1 – Quantidade dos componentes dos cimentos Portland brancos

Denominação	Classe	Componentes (% em massa)	
		Clínquer branco + sulfatos de cálcio	Materiais carbonáticos
Cimento Portland branco estrutural	25 32 40	100 - 75	0 – 25
Cimento Portland branco não-estrutural	-	74 - 50	26 – 50

Fonte: NBR 12989 – ABNT (1993)

Tabela 2 – Exigências químicas para o cimento Portland branco

Determinações químicas	Limites (% em massa)			
	CPB-25	CPB-32	CPB-40	CPB
Resíduo insolúvel (RI)		≤3,5		≤7,0
Perda ao fogo (PF)		≤12,0		≤27,0
Óxido de magnésio (MgO)		≤6,5		≤10,0
Trióxido de enxofre (SO ₃)		≤4,0		≤4,0
Anidrido carbônico (CO ₂)		≤11,0		≤25,0

Fonte: NBR 12989 – ABNT (1993)

Tanto o cimento Portland branco quanto o cinza é constituído pelos mesmos compostos. O silicato tricálcico (alita), o silicato dicálcico (belita), o aluminato tricálcico (aluminato) e ferro aluminato tetracálcico (ferrita) são os compostos mais importantes e têm maior influência nas propriedades dos cimentos. A grande diferença entre o cimento Portland branco e o cinza se encontra na quantidade de ferro aluminato tetracálcico (TAYLOR 1997; NEVILLE, 1997).

3.4.3.2 Físicas

No Brasil, a norma NBR 12989 (ABNT, 1993) especifica algumas exigências físicas e mecânicas relativas ao cimento Portland branco, como descrito na tabela 3.

Tabela 3 - Exigências físicas e mecânicas para o cimento Portland branco

Características e propriedades		Unidade	Limites			
			CPB-25	CPB-32	CPB-40	CPB
Resíduo na peneira 45 μ m		%	≤ 12			≤ 12
Tempo de início de pega		h	≥ 1			≥ 1
Expansibilidade a quente		mm	≤ 5			≤ 5
Resistência à compressão	3 dias	MPa	$\geq 8 \geq 10 \geq 15$			≥ 5
	7 dias		$\geq 15 \geq 20 \geq 25$			≥ 7
	28 dias		$\geq 25 \geq 32 \geq 40$			≥ 10
Brancura		%	≥ 78			≥ 82

Fonte: NBR 12989 – ABNT (1993)

De acordo com Mehta e Monteiro (1994), a granulometria dos aglomerantes afeta as seguintes propriedades: velocidade de hidratação, trabalhabilidade, consistência, segregação, resistência, retração e a quantidade de ar incorporado. Segundo Neville (1997), a granulometria do cimento vai influenciar na velocidade de hidratação, pois a hidratação se inicia na superfície das partículas, logo a área total da superfície do cimento representa o material disponível para a hidratação. E, ainda, influenciará na rápida evolução da resistência inicial, que requer uma grande finura e, conseqüentemente, resultará em um maior calor de hidratação.

Pastas de cimento muito fino tendem a apresentar maior retração e fissuração. Cimentos mais finos apresentam elevada quantidade de C_3A disponível para a hidratação, sendo necessário aumentar a quantidade de gesso, que irá retardar a reação (NEVILLE, 1997).

A expansão durante a presa do cimento Portland é um motivo de controvérsia na literatura. Há inquéritos e suspeitas de que ambos os tipos de cimento Portland, branco e cinza, apresentariam maior expansão do que o MTA branco e cinza (CAMILLERI, 2008^a). A expansão do cimento Portland é inferior ao MTA. Essas diferenças podem ser atribuídas às composições químicas diferentes entre os vários tipos de cimento Portland (GANDOLFI et al., 2009; SANTOS et al., 2008).

3.4.4 Processo de fabricação do cimento Portland

De acordo com Oliveira (2003), o cimento Portland, atualmente, é produzido em instalações industriais de grande porte, localizadas junto às jazidas. As matérias-primas utilizadas na fabricação do cimento Portland são, normalmente, misturas e materiais calcários e argilosos em proporções adequadas que resultem em composições químicas apropriadas para o cozimento. Entre os materiais calcários utilizados encontram-se o calcário propriamente dito e conchas de origem marinha. Entre os materiais argilosos encontram-se a argila, xistos, ardósia e escórias de alto forno. A fabricação do cimento Portland comporta seis operações principais:

- Extração da matéria-prima;
- Britagem;
- Moagem e mistura;
- Queima;
- Moagem do clínquer;
- Expedição.

Segundo Oliveira (2003), a mistura de matérias-primas que contenha as proporções convenientes é finamente pulverizada e homogeneizada, e submetida à ação do calor no forno produtor de cimento, até a temperatura de fusão incipiente, resultando na obtenção do clínquer.

O clínquer é produzido em um alto forno a partir das matérias primas: calcário, argila e alguns corretivos químicos, como minério de ferro e areia. Essas matérias primas são devidamente moídas e homogeneizadas. Quando submetido a temperaturas acima de 800°C, o CaCO_3 (carbonato de cálcio), que constitui o calcário, se decompõe e passa para a forma de CaO e CO_2 (MORÁVIA, 2006).

De acordo com Oliveira (2003), nesse processo ocorrem combinações químicas que conduzem à formação dos seguintes compostos:



De acordo com Mehta e Monteiro (1994), os silicatos de cálcio (C_3S e C_2S) reagem com água e dão origem ao silicato hidratado (C-S-H) e ao hidróxido de cálcio (CH). A presença de CH em grande quantidade é indesejável por um lado, pois sua grande solubilidade (em meios ácidos ou água) afeta a durabilidade do material. Por outro lado, o CH é desejável sob o ponto de vista do aumento na alcalinidade do cimento, que é desejável para a utilização na Odontologia.

Em relação à hidratação inicial, Stümer et al. (1994) *apud* Kirchheim (2003) mencionam que o C_3A e o C_4AF determinam decisivamente a reação de hidratação, influenciando nas propriedades do cimento tais como: dosagem, trabalhabilidade e, além disso, na estrutura de poros e no desenvolvimento da resistência. A quantidade de C_3A presente no cimento Portland branco é elevada (NEVILLE, 1997). De acordo com Hamad (1995) citado por Kirchheim (2003), os teores elevados de C_3A na composição dos cimentos brancos diminui o tempo de presa quando comparado com os cimentos cinza.

Essa mistura permanece em um forno com o controle da combustão para que ocorra a transformação química que conduz à formação do clínquer, que será subsequentemente resfriado. O material produzido sai do forno em elevada temperatura, incandescente, e é resfriado mediante corrente de ar ou mesmo por ação de água e, depois, é conduzido a depósitos apropriados, onde aguarda o processamento da moagem (OLIVEIRA, 2003).

De acordo com Oliveira (2003), na fase de moagem do clínquer, a gipsita é adicionada junto ao clínquer com a finalidade de controlar o tempo de presa do cimento. Nessa fase, algumas indústrias adicionam certas substâncias, aditivos para

facilitar a operação de moagem. Após essa operação, o clínquer pulverizado é conduzido pneumaticamente para os separadores de ar. Nessa etapa há a separação dos grãos. Os grãos maiores voltam para o moinho e os menores, cimento propriamente dito, para os silos de estocagem. O produto final é o cimento Portland artificial.

3.4.5 Aplicações do cimento Portland na odontologia

Segundo Garcia et al. (2011), o cimento Portland utilizado em construção civil é uma combinação química de cálcio, sílica, ferro e alumínio, que passa por complexos processos industriais durante a sua fabricação. O cimento Portland é considerado substância ligante de baixo custo e apresenta em sua composição elementos semelhantes aos presentes na composição do MTA.

Segundo Parirokh e Torabinejad (2010), a semelhança química entre o MTA e o cimento Portland incentiva estudos para tornar o cimento Portland um substituto do MTA.

O cimento Portland não é um material radiopaco. No MTA, o óxido de bismuto é o material que proporciona a característica de radiopacidade ao cimento MTA (ASGARY et al., 2009).

Segundo, Figueiredo et al. (2008), a principal diferença do MTA em relação ao cimento Portland reside na presença de bismuto na composição do MTA.

Coomaraswamy et al. (2007) *apud* Morales et al. (2009) realizaram um trabalho sobre o efeito do radiopacificador - óxido de bismuto - nas propriedades do material de cimentação endodôntica com cimento Portland. Os autores verificaram que o acréscimo de 0 a 10% em peso de óxido de bismuto resulta em uma redução da resistência à compressão de 82 a 40MPa, decrescendo gradativamente para 40MPa com 40% (em peso) de óxido de bismuto. O cimento Portland contendo 20% de óxido de bismuto é um material excelente para ser usado com um material restaurador radicular (MORALES et al., 2009). Kim et al. (2012), avaliaram a radiopacidade e citotoxicidade do cimento Portland contendo óxido de bismuto e

concluíram que o cimento Portland contendo 20% de óxido de bismuto apresenta melhor radiopacidade do que aqueles misturados com uma menor porcentagem dessa substância. A viabilidade das células de todos os grupos foi estatisticamente similar. Ao fim das pesquisas os autores afirmaram que o cimento Portland contendo 20% de óxido de bismuto é um material excelente para ser usado como um material restaurador radicular. Bueno et al. (2009), ressaltaram um estudo da avaliação da radiopacidade do cimento Portland com a adição de diferentes proporções de óxido de bismuto. Segundo os autores, a adição de 20% de óxido de bismuto no cimento Portland proporcionava radiopacidade não significativamente diferente da do MTA. Os autores concluíram que a proporção de 20% de óxido de bismuto adicionado ao cimento Portland apresentava um maior potencial para ser utilizado como um cimento de obturação de canais quando comparado com o MTA.

O cimento Portland, sem adição de óxido de bismuto, tem radiopacidade menor do que a recomendado pela norma ISO 6876. Camilleri et al. (2011), afirmam que a adição de 20% de óxido de bismuto no cimento Portland garante ao cimento um valor de radiopacidade de 6-8mm de Al. Esse valor, torna a característica de radiopacidade do cimento Portland aceitável pela norma ISO 6876.

Segundo Gomes-Filho et al. (2008) o cimento Portland, já foi demonstrado ser biocompatível em cultura de fibroblastos.

Bueno et al. (2009), citam que tanto o MTA quanto o cimento Portland, produziram boas respostas celulares em estudos de implantes subcutâneos e intraósseo em animais. Estudos comparando a citotoxicidade na utilização dos cimentos nas polpas dentárias de animais e suas atividades antimicrobianas também proporcionaram semelhantes resultados para ambos, MTA e cimento Portland.

Um estudo recente mostrou que a capacidade de vedação do cimento Portland foi semelhante a do MTA quando utilizados em reparos de perfurações de furca (SILVA, 2003).

O tamanho da partícula e a sua forma têm fortes influências. Segundo Asgary et al. (2009), o tamanho das partículas pode afetar as propriedade físicas dos cimentos

Portland. Nas partículas menores há um aumento da superfície disponível para hidratação o que garante melhor resistência. Além disso, o tamanho pequeno de partículas é um aspecto importante para materiais de tratamento endodôntico, já que, a irritação tecidual torna-se menor quando em contato com superfícies menores.

Segundo Hwang et al. (2011), o tamanho e a forma das partículas podem influenciar a área de superfície, sendo menor em materiais com menor granulometria, e a qualidade biológica do material, pois as características da superfície de um material também podem ser uma indicação da sua biocompatibilidade devido aos efeitos de adesão e espalhamento.

A característica de manipulação do cimento Portland é dependente do seu tamanho e forma das partículas. Muitas investigações avaliando o tamanho de partículas e forma das partículas do MTA cinza e MTA branco confirmam que ambos possuem partículas menores do que o cimento Portland (PARIROKH e TORABINEJAD, 2010).

Asgary et al. (2009), afirmam que a distribuição de um menor tamanho de partículas pode sugerir que o tempo de presa poderá ser menor, porém reconhecem a necessidade de maiores estudos nesta área.

Segundo Asgary et al. (2009), a capacidade de vedação do cimento Portland é semelhante a do MTA quando utilizado em reparos de perfurações na furca.

Em um estudo recente, (HWANG et al., 2011), demonstrou-se que nenhuma citotoxicidade foi encontrada na utilização do cimento Portland em culturas de células. O mesmo foi confirmado por outros autores (COUTINHO - FILHO, et al., 2008 *apud* MINOTTI, 2011).

Shahi et al. (2010) ao considerar o preço mais baixo e a melhor capacidade de selamento do cimento Portland comparado com MTA, sugeriram que o cimento Portland pode ser um substituto adequado para o MTA, no entanto, eles acreditam que mais experimentos *in vivo* são necessários para confirmar a biocompatibilidade do cimento Portland.

As aplicações do cimento Portland na odontologia ainda estão limitadas a experimentos laboratoriais. Já foi realizado um estudo em cães com a inserção de cimento Portland para o procedimento de perfurações de furcas. Os resultados foram comparados com o MTA, e, observou-se que não há diferenças significativas que possam inviabilizar o uso do cimento Portland na odontologia (SILVA, 2003).

Wucherpfenning e Green (1999) foram os primeiros autores a chamar a atenção para a semelhança entre o MTA e o cimento Portland, relatando que o MTA e o cimento Portland pareciam idênticos, macroscopicamente, microscopicamente e por análise de difração de raios-X. Para a verificação de biocompatibilidade do cimento Portland, células osteoblasto-like (MG-63) foram cultivadas na presença do cimento Portland e do MTA. As culturas de 4 a 6 semanas mostraram que ambas as substâncias permitiram a formação de matriz de maneira similar. Os mesmos autores, em experiência com ratos adultos, usaram o cimento Portland e o MTA como capeadores pulpares diretos após a exposição estéril da polpa. Cinco animais por grupo foram mortos após uma, duas, três e quatro semanas e os dentes processados em cortes histológicos. A observação microscópica comprovou que ambos os materiais possuíam um efeito similar sobre as células pulpares. Foi observada a aposição de dentina reparadora em alguns casos nas primeiras duas semanas após os procedimentos com ambos os materiais. Os autores afirmaram que essas observações preliminares sugerem que o cimento Portland pode ser um material obturador ideal, assim como o MTA. Shayegan et al. (2009), citados por Parirokh e Torabinejad (2010), compararam a ação de agente capeador para polpa do MTA branco com outros cimentos endodônticos - Dycal, cimento de fosfato beta-tricalcio e cimento Portland branco - em dentes de porcos. Os resultados dos autores não mostraram nenhuma diferença significativa em relação à resposta da polpa entre os materiais.

Abdullah et al. (2002) investigaram a biocompatibilidade de dois variantes do cimento Portland com acelerador (CPA) através da observação da citomorfologia de células de osteosarcoma (SaOS-2) na presença dos materiais teste e o efeito desses materiais na expressão de marcadores na remodelação óssea. Foram utilizados para comparação o cimento ionômero de vidro (CIV), o MTA e o cimento

Portland não modificado. Um ensaio de contato direto foi realizado em quatro amostras para cada material teste, coletadas com 12, 24, 48 e 72 horas. A morfologia celular foi registrada utilizando microscopia eletrônica de varredura (MEV). A MEV mostrou células saudáveis de SaOS-2 aderidas às superfícies dos variantes do CPA, do cimento Portland e do MTA. Em contraste, células arredondadas, em processo de morte celular, foram observadas junto ao CIV. O teste Elisa mostrou níveis significativamente elevados de IL-1, IL-6, IL-18 nos variantes do CPA comparado com os controles e CIV, no entanto esses níveis de citocinas não foram estatisticamente significantes quando comparados ao MTA. Os autores sugeriram que os dois variantes do CPA não são tóxicos e têm potencial para promover a cura óssea. Segundo os autores, estudos futuros sobre o CPA deveriam ser realizados no intuito de desenvolver um possível material restaurador e para uso ortopédico.

O MTA e o cimento Portland apresentam a mesma capacidade de selamento periférico, obtendo respostas semelhantes quando utilizados em perfurações radiculares (GARCIA et al., 2011).

Apesar da semelhança existente na composição, na biocompatibilidade e propriedades físicas e químicas do cimento Portland e do MTA, há a preocupação em relação à presença de metais pesados na composição do cimento Portland.

Segundo Hwang et al. (2011), a cal é obtida pela decomposição de calcário (CaCO_3) e os outros componentes são fabricados a partir da argila. Altas concentrações de arsênio foram encontradas na poeira de cimento e nos subprodutos alcalinos que são formados durante a fabricação de cimento. Por este motivo, o cimento Portland não é amplamente aceito para uso clínico.

De acordo com Mandal e Suzuki (2002) citados por Minotti (2011), a dose letal média (DL_{50}) administrada oralmente varia entre 2 e 3mg/kg para As (III), 20mg/kg para o arsenato de cálcio e 600mg/kg para arsenato de sódio.

A toxicidade depende de fatores como o estado físico e solução, tamanho das partículas, taxa de absorção nas células, taxa de eliminação e, naturalmente, a predisposição do paciente.

De acordo com as normas da ISO 9917-1 (2003), um material só pode ser utilizado em procedimentos odontológicos quando não contém mais do que 2mg de arsênio por Kg do material.

Duarte et al. (2005) avaliaram a liberação de arsênio em dois cimentos Portland cinza, um cimento Portland branco, MTA-Angelus[®] e MTA ProRoot[®]. Os resultados mostraram que todos os materiais testados apresentaram níveis de arsênio bem abaixo do limite padronizado pela ISO 9917-1 (2003). Os autores afirmaram que o conteúdo de arsênio, no cimento Portland, é muito baixo e não há indícios para preocupação. Os valores mais altos foram observados para o cimento Portland cinza, com valores de 0.007ppm após três horas do ensaio, e os outros cimentos mostraram níveis de 0.002ppm.

Bramante et al. (2008) *apud* Minotti (2011), quantificaram a presença de arsênio em cimentos à base de MTA (CPM, CPM Sealer, MTA-Obtura, MTA experimental), MTA Angelus[®] cinza e branco, MTA ProRoot[®] e cimentos Portland branco e cinza. A quantificação foi realizada por meio de um espectrômetro de absorção atômica. Através das análises, os autores concluíram que o arsênio estava presente em todos os materiais testados e apresentavam valores de arsênio acima e abaixo da norma ISO 9917-1 (2003). MTA-Obtura, MTA Angelus[®] branco e cimento Portland branco foram os materiais que apresentaram os níveis de arsênio abaixo do limite aceito pela norma ISO 9917-1 (2003). Os autores afirmaram que a quantidade alta de arsênio não indica, necessariamente, maior liberação, pois o material (MTA cinza/cimento Portland cinza) contém sais férricos em sua composição que estabilizam o arsênio.

O MTA é utilizado na odontologia em quantidades muito baixas (menos de 1g). Considerando que a dose letal média para o As (III) administrado oralmente é de 2-3mg/kg do peso corporal do indivíduo, a dose tóxica para uma pessoa de 70kg está em torno de 140-210mg. Esse valor está muito acima dos níveis de arsênio

presentes no MTA e cimentos Portland, quando utilizados para procedimentos odontológicos.

De-Deus et al. (2009) citados por Minotti (2011) relatam que averiguaram a presença ou não de arsênio no MTA e no cimento Portland por cromatografia. Os autores não detectaram nenhum traço de arsênio. Além disso, a análise dos dados mostrou que não houve diferença entre os cimentos Portland e MTA, em relação à quantidade de arsênio liberada. De acordo com os autores, o envenenamento no corpo humano por arsênio inorgânico é letal para doses orais acima de 60mg/kg de massa corporal ou acima de 60ppm. Baixos valores de arsênio não podem ser vistos como empecilho para a utilização clínica.

Além do teor de arsênio, Dammaschke et al. (2005) relataram que o cimento Portland pode conter outros metais pesados como o manganês e estrôncio. Esses metais pesados podem induzir reações alérgicas e inflamatórias.

Chang et al. (2011) avaliaram os níveis de metais pesados tais como, arsênio, bismuto, cádmio, cromo, cobre, ferro, chumbo, níquel, manganês e zinco no cimento Portland branco e cinza e no MTA branco e cinza. A presença de arsênio foi detectada nos quatro cimentos. A concentração mais alta de arsênio foi detectada no cimento Portland cinza (25.01mg/kg) e a mais baixa no MTA cinza (2.16mg/kg). O MTA branco apresentou conteúdos menores ou iguais ao cimento Portland branco em relação aos metais. Para os autores a liberação desses metais pesados pelo cimento Portland não apresentam risco à saúde, pois, para desencadear problemas na saúde é necessária a ingestão de grandes quantidades dos metais pesados.

Schembri et al. (2010) citados por Minotti (2011), encontraram valores altos de cromo liberado em relação ao arsênio e chumbo. O cimento Portland branco e ambos MTA apresentaram baixos valores para os íons metálicos liberados. A liberação do arsênio, cromo e chumbo, após o período de 15 a 30 dias de execução do ensaio, ficou abaixo dos limites de detecção. Segundo os autores, a maior liberação ocorre no início da hidratação. Isso é importante porque indica que são escassos os problemas, a longo prazo, da liberação contínua dos metais nos fluidos corporais.

3.5 Sílica ativa

A sílica ativa é um pó fino pulverizado resultante do processo de fabricação do silício metálico ou ferro silício. No processo de fabricação do silício metálico, é gerado um gás (SiO) que, ao sair do forno elétrico oxida-se formando a sílica amorfa (SiO₂). As partículas da sílica ativa são esféricas, vítreas e possuem um diâmetro médio menor do que 1µm, apresentando altíssima superfície específica e uma massa específica aparente baixa. A sílica tem alta reatividade com os produtos decorrentes da hidratação do cimento o que proporciona um melhor desempenho nos concretos e argamassas (TECNOSIL).

A granulometria da sílica ativa está em ~19.000m²/Kg. Como dado comparativo a granulometria da fumaça do cigarro é ~10.000m²/Kg (TECNOSIL).

A sílica ativa vem sendo utilizada no concreto como adição pozolânica em razão da produção de concretos com propriedades bastante melhoradas, principalmente resistências elevadas e baixa permeabilidade (MEHTA e MONTEIRO, 1994; NEVILLE, 1997).

Mehta e Monteiro (1994) classificam a sílica ativa como material altamente pozolânico, devido ao fato de ser constituída basicamente de sílica amorfa, possuindo área superficial muito elevada.

A sílica ativa exerce um efeito físico (microfiller) e um efeito químico (pozolânico) durante o processo de hidratação do cimento, atuando na formação de uma microestrutura mais densa, homogênea e uniforme (HOFFMANN, 2001). A sílica ativa preenche os espaços vazios existentes entre os grãos de cimento. Durante o processo de hidratação, a sílica ativa reage com o hidróxido de cálcio, transformando o cristal fraco em cristal resistente (C-S-H), o que proporciona grande aumento de resistência, impermeabilidade e durabilidade em concretos e argamassas. A figura 4 representa a ação física da sílica ativa, no qual as partículas de sílica ativa ajudam a preencher vazios, melhorando o empacotamento das micro-partículas e contribuindo no fechamento granulométrico da pasta de cimento.

Figura 4 – Efeito físico da sílica ativa



Fonte: Tecnosil

Por apresentar partículas pequenas e em forma esférica, a sílica ativa causa uma redução do espaço disponível para água, pois ocupa os espaços vazios entre os grãos do cimento. O pequeno tamanho das suas partículas contribui para o processo de hidratação do cimento, pois as partículas constituem pontos de nucleação de hidróxido de cálcio ($\text{Ca}(\text{OH})_2$), resultando em um desenvolvimento inicial da resistência e evitando a formação de cristais grande de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ com orientação preferencial na zona de transição. Isso proporciona um maior refinamento da estrutura de poros. Além disso, a sílica ativa torna a mistura mais coesiva, diminuindo significativamente a água livre do concreto. Há um aumento da área de contato entre os grãos do material cimentício. O preenchimento dos espaços entre os grãos do cimento pela sílica ativa causa redução no tamanho dos poros e canais capilares tornando, assim, a estrutura da pasta mais homogênea (HOFFMANN, 2001; NEVILLE, 1997).

Por aumentar a aderência, pode-se dizer que o efeito químico da sílica ativa se encontra na zona de transição, na qual há uma redução do teor de Ca(OH)_2 e formação de compostos mais resistentes como o C-S-H, ocasionando a melhor aderência entre pasta/agregado e pasta/armadura (HOFFMANN, 2001; MEHTA E MONTEIRO, 1994). A consequência do efeito químico na zona de transição está representada na figura 5.

Figura 5 – Efeito químico das partículas de sílica ativa



Fonte: Tecnosil

De acordo com Hoffmann (2001), há uma grande variabilidade na porcentagem ideal de sílica ativa a adotar, pois a quantidade depende da compatibilidade e proporção dos materiais utilizados, do desempenho desejado e das condições do ambiente de exposição do concreto. Os valores variam de 5 a 30%, sendo o teor de adição em torno de 10% o mais recomendado. A alta dosagem da adição de sílica ativa provoca redução do pH do concreto, diminuindo a reserva alcalina. Isso não é interessante para a utilização na Odontologia. De acordo com Aïtcin (2000) citado por Hoffmann (2001), normalmente a sílica ativa tem sido usada com a dosagem de 3 a 10%.

De acordo com Roges (2011) *apud* Nascimento (2013), nem todos os materiais silicosos são pozolânicos e não há um limite bem definido no qual os materiais silicosos irão manifestar reação pozolânica. Materiais com percentual elevado de

sílica amorfa tendem a ser mais pozolânico. Nascimento (2013) esclarece que a reatividade pozolânica não deve ser inferior a $700\text{mg Ca(OH)}_2/\text{g}$ material.

Camilleri (2008) relata que a adição de 10% de sílica ativa não causou nenhuma alteração em relação à produção de hidróxido de cálcio. A adição desse material resulta na formação de mais silicato de cálcio hidratado. Além disso, a sílica ativa diminui a quantidade de poros durante a hidratação.

4 METODOLOGIA

Nesse trabalho, foi realizado o desenvolvimento de dois cimentos à base de cimento Portland para uso odontológico, utilizando cimento Portland com adições de óxido de bismuto e outro com adição de óxido de bismuto e sílica ativa. Além desses dois cimentos, foi utilizado o MTA Branco - ANGELUS[®] produto utilizado em procedimentos clínicos na odontologia. Segundo o fabricante (ANGELUS[®]), esse material apresenta em sua composição os seguintes óxidos: SiO₂, K₂O, Al₂O₃, Na₂O, Fe₂O₃, SO₃, CaO, Bi₂O₃, MgO e resíduos insolúveis de sílica cristalina, CaO, KSO₄ e NaSO₄.

O Cimento Portland Branco Estrutural CPB 40 - Votoran Branco - (sólido, na forma de pó seco) foi usado na pesquisa devido à sua coloração branca, fator que pode contribuir para o não manchamento das superfícies dentárias e pelo fato de se tratar de um aglomerante hidráulico mais puro. De acordo com o fabricante (Votorantim), o cimento foi fabricado de acordo com a norma NBR 12989. O cimento é composto de sulfato de cálcio, aluminato de cálcio, filler carbonático e silicato de cálcio (VOTORANTIM).

O óxido de bismuto III P.A (Bi₂O₃) Vetec foi utilizado como adição, 20% da composição, em todas as amostras de cimento Portland devido à sua capacidade de atribuir característica de radiopacidade aos cimentos sem provocar efeitos danosos nas propriedades físicas do mesmo (CAMILLERI et al., 2011).

A sílica ativa foi adicionada (10%) no cimento Portland com a finalidade de obter um aumento na microdureza. Segundo Ji et al. (2011), a adição de eletrólitos à base de cálcio não representa boa condição para o MTA, uma vez que os eletrólitos de cálcio tendem a suprimir a ionização do hidróxido de cálcio. Desta forma, o material de escolha para adição no cimento Portland foi a sílica ativa. De acordo com o fabricante (Tecnosil) essa sílica é composta de sílica amorfa, óxido de ferro, cálcio, alumínio, magnésio, sódio e potássio. As características físicas e químicas da sílica ativa são descritas na tabela 4.

Tabela 4 – Características físicas e químicas da sílica ativa

Características Físicas e Químicas	
Massa específica	2.220 kg/m ³
Teor de SiO ₂	> 90%
Superfície específica (B.E.T.)	~19.000 m ² /kg
Formato da partícula	Esférico
Diâmetro médio da partícula	0,20 µm
Massa unitária	
Não densificado	< 350 kg/m ³
Densificada	> 350 kg/m ³

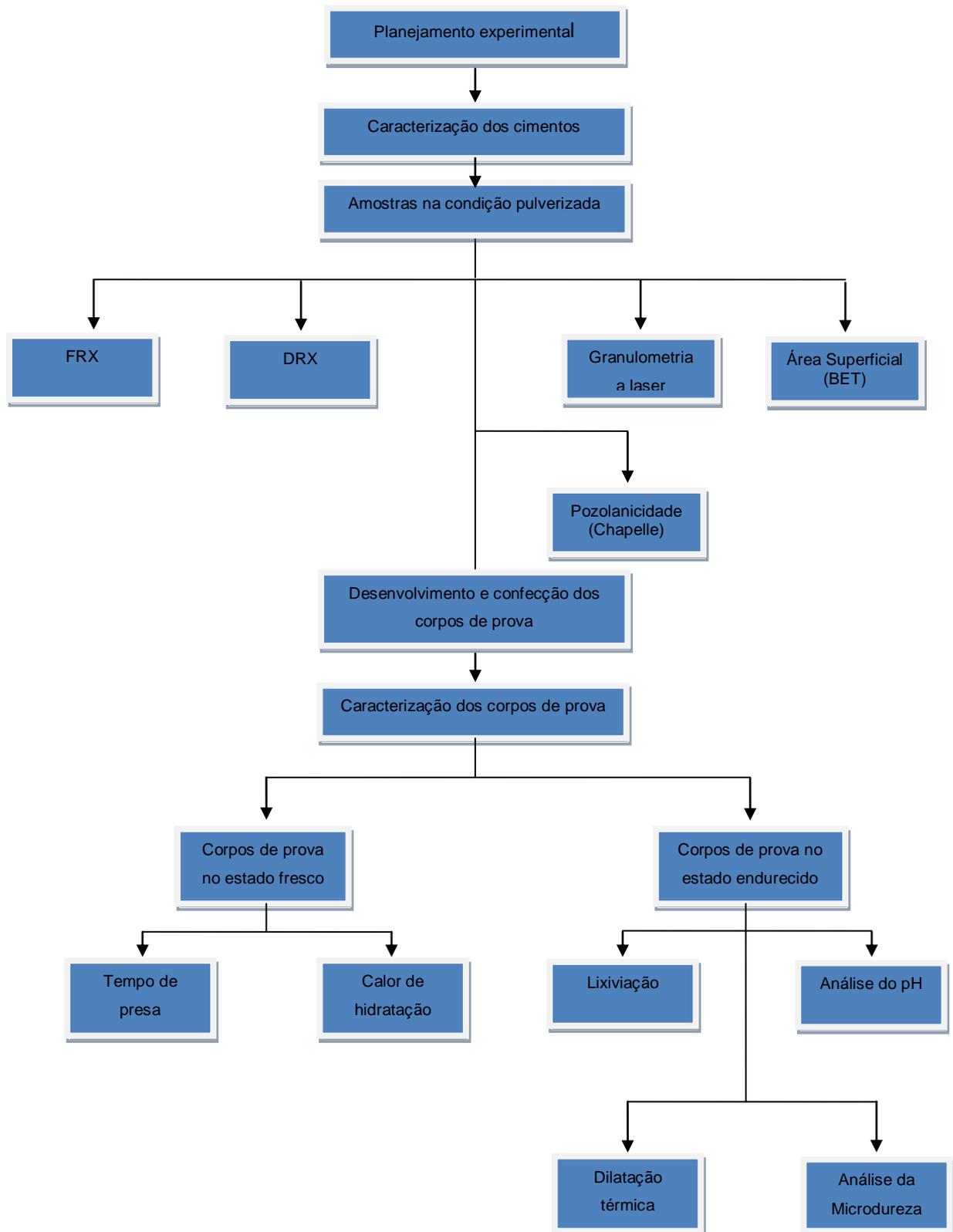
Fonte: Tecnosil

A metodologia experimental foi desenvolvida com a finalidade de caracterizar os cimentos Portland modificados e o MTA. Foi realizada uma avaliação e comparação das propriedades e da composição química dos cimentos Portland modificados e do MTA.

A balança utilizada para a pesagem dos materiais foi a Balança Analítica de precisão, Bel Engineering – Mark Série M.

A figura 6 apresenta um fluxograma do planejamento experimental para este trabalho.

Figura 6 – Fluxograma do planejamento experimental



Fonte do autor

Caracterização dos cimentos

4.1 Amostras na condição pulverizada

Para a caracterização dos cimentos MTA, PCB e PCBS foram realizados ensaios com os materiais na forma de pó. Para cada ensaio foram preparadas amostras de MTA Angelus[®] – Amostra I – MTA; cimento Portland branco estrutural CPB 40 (Votoran) 80% com adição de óxido de bismuto PA III (Vetec) 20% – Amostra II – PCB; e cimento Portland branco estrutural CPB 40 (Votoran) 80% com adição de óxido de bismuto PA III (Vetec) 20% e adição de sílica ativa (Tecnosil) 10% da mistura de cimento Portland com o óxido de bismuto – Amostra III - PCBS.

4.1.1 Espectrometria de fluorescência de raios X (EDX)

As composições químicas das amostras de MTA, PCB e PCBS foram determinadas, de forma semi-quantitativa, através do espectrômetro de fluorescência de raios X, marca Shimadzu, modelo EDX-720. O ensaio foi realizado no Laboratório de Caracterização e Microscopia de Materiais, do Departamento de Engenharia de Materiais – DEMAT - do CEFET-MG.

Para a realização do ensaio no espectrômetro, 0,5g de cada amostra pulverizada, foi prensada e levada para a análise no espectrômetro.

4.1.2 Difração de raios X – (DRX)

Para identificar as fases cristalinas presentes nas amostras dos cimentos foi realizado o ensaio de difratometria de raios X no equipamento Shimadzu, modelo Lab XRD 7000. A análise foi feita no Departamento de Materiais do CEFET-MG. O ensaio foi seguido baseado na metodologia de Garcia et al. (2011).

As amostras de MTA, PCB e PCBS foram preparadas a partir de 2g do pó seco de cada material.

As amostras foram colocadas, separadamente, no suporte plano do aparelho e prensadas contra a plataforma. Depois foram submetidas à radiação. As leituras foram realizadas nas amostras em forma de pó.

Os difratogramas contendo os picos de difração foram analisados no software Match! 2.3.1 (julho 2014) e no Crystallographica Search-Match, Version 2,0,2,0 Copyright® (1996-1999). A identificação das fases (estruturas cristalinas) presentes foi feita através de uma comparação do perfil analisado, desconhecido, com o conjunto de difração padrão mantido nos softwares.

4.1.3 Granulometria a laser

Para avaliar a distribuição das faixas granulométricas dos cimentos MTA, PCB e PCBS, foi utilizado o método de granulometria a laser. Este método baseia-se na interação entre um feixe de luz com partículas em um meio dispersante. A intensidade da energia espalhada, após a interação de um feixe de luz monocromática e uma quantidade de partículas, é captada por lentes, detectores fotoelétricos e macro-processador e transformada em distribuição volumétrica das partículas, tidas como esféricas.

Foi utilizado 0,2g de cada cimento. As amostras foram utilizadas na condição pulverizada. O analisador granulômetro a laser CILAS 920 líquido foi usado para realizar o ensaio. As análises foram realizadas em triplicata considerando como válido o valor médio obtido. O ensaio foi realizado no CEFET-MG e em parceria com o CETEC SENAI.

A partir desse ensaio foram obtidos os valores de diâmetro D10, D50 e D90 que correspondem respectivamente, aos valores de 10%, 50% e 90% do total das partículas.

4.1.4 Área superficial específica – BET

Para determinar a área superficial específica dos cimentos adotou-se o método BET. Esse ensaio fornece informações do volume total de poros e o tamanho médio dos poros.

Foi utilizado o equipamento NOVA 1000e Surface area & Poro Size Analyzer – Quantachrome Instruments do Departamento de Tecnologia Mineral do CETEC SENAI. O aparelho apresenta um sistema de adsorção automatizado, que fornece dados da adsorção e desorção.

As amostras MTA, PCB e PCBS pulverizadas foram previamente desgaseificadas em diferentes temperaturas. Para as amostras PCB e PCBS, a desgaseificação foi realizada com a temperatura de 250°C. Já a amostra de MTA foi desgaseificada na faixa de temperatura entre 70°C a 80°C. As amostras PCB e PCBS foram desgaseificadas na temperatura de 250°C porque a decomposição do carbonato de cálcio acontece entre 780°C a 1000°C (CHEDELLA E BERZINS, 2010). O MTA foi desgaseificado na faixa de temperatura entre 70°C a 80°C, visto que o ponto de fusão do MTA é 100°C (CHEDELLA E BERZINS, 2010). Na segunda etapa, as amostras foram resfriadas em nitrogênio líquido. Após esse pré-tratamento, a análise da superfície foi iniciada.

4.1.5 Atividade pozolânica – Método Chapelle modificado

Para determinar o índice de atividade pozolânica da sílica ativa foi executado o método de Chapelle Modificado, segundo a norma NBR 15895 (ABNT, 2010). O método consiste em manter 1g da amostra do material supostamente pozolânico juntamente com 2g de óxido de cálcio (CaO) em 250ml de solução aquosa, em banho-maria a 90 +/- 5°C por 16 horas. Esse ensaio expressa a quantidade de hidróxido de cálcio consumido ou fixado por grama do material “pozolânico”. Esse ensaio foi realizado apenas para a sílica ativa no Instituto de Pesquisas Tecnológicas (IPT), Butantã, São Paulo.

4.2 Desenvolvimento e confecção dos corpos de prova

Para os ensaios seguintes as amostras foram pesadas e utilizadas conforme a regulamentação de cada ensaio. Para a confecção dos corpos de prova foi adotada a proporção sugerida pelo fabricante do MTA Angelus[®] de 1 pá dosadora para uma gota de água destilada, ou seja 0,190g do pó para 0,033ml de água destilada, como pode ser visualizado na figura 7.

Figura 7 – Proporção dos cimentos utilizada nos ensaios de acordo com o fabricante.



Pá dosadora com o recipiente da água destilada
Fonte: foto do autor

As amostras continuaram as mesmas.

Amostra I – MTA (Angelus[®])

Amostra II – PCB - cimento Portland branco estrutural CPB 40 (Votoran) 80% com óxido de bismuto PA III (Vetec) 20%

Amostra III – PCBS -cimento Portland branco estrutural CPB 40 (Votoran) 80% com óxido de bismuto PA III (Vetec) 20% e adição de 10% de sílica ativa em relação à massa de cimento Portland com óxido de bismuto.

• Caracterização dos corpos de prova

A caracterização dos corpos de prova foi dividida em dois tipos: corpos de prova no estado fresco, no qual os ensaios foram submetidos logo após a mistura do pó dos

cimentos com a água destilada. No segundo tipo os corpos de prova no estado endurecido no qual os ensaios foram submetidos após o tempo de presa dos cimentos.

4.2.1 Corpos de prova no estado fresco

4.2.1.1 Tempo de presa

A determinação do tempo de presa dos cimentos foi realizada de acordo com as normas NBR 11581 (ABNT 1991) e ISO 6876 (2012). Os cimentos, previamente espatulados, foram inseridos em discos de poliéster com 10mm de diâmetro e 3,5mm de altura. Foi confeccionado um corpo de prova para cada cimento.

O início do tempo de presa dos espécimes foi determinado a partir do momento em que a agulha desceu sobre a pasta e estacionou a 1mm da placa de vidro. O tempo de presa foi mensurado por meio de um aparelho Vicat. A agulha Gilmore utilizada possuía diâmetro de 1,4mm. Após 30 segundos do início da penetração da agulha na pasta foi feita a primeira leitura do início do tempo de presa. As demais leituras foram realizadas em intervalos regulares de 10min. Foram registrados os tempos decorridos desde o início da espatulação até o momento em que ocorreu a primeira entre três leituras sucessivas e iguais na altura de 3,5mm, não sendo possível registrar nenhuma reentrância da agulha no material, representando, respectivamente, a presa inicial e final de cada cimento.

4.2.1.2 Temperatura de hidratação

Para determinar o calor de hidratação das amostras foi adotada a adaptação da NBR 12006 (ABNT, 1990), já que o alto custo do MTA torna inviável a realização desse ensaio de acordo com essa norma.

O calor de hidratação foi medido nas três primeiras horas após a mistura do pó com a água destilada na proporção sugerida pelo fabricante para os três cimentos. Foram utilizadas 2g de cada cimento e 0,347ml de água destilada.

O ensaio foi realizado para avaliar a variação de temperatura durante o intervalo de tempo de presa do material. Foi utilizado o termômetro de precisão Minipa 360, com faixa de medição de - 20°C a 250°C. A figura 8 ilustra como foi realizado o ensaio.

Figura 8 – Ensaio de temperatura de hidratação



Inserção do termômetro na pasta do cimento para aferir a temperatura de hidratação

Fonte: foto do autor

4.2.2 Corpos de prova no estado endurecido

4.2.2.1 Análise de pH

No ensaio de pH foi seguida a metodologia utilizada por Borges (2008) e Camilleri (2008).

Os corpos de prova foram confeccionados em forma de discos para as amostras de MTA, PCB e PCBS, através da mistura de 0,5g dos cimentos com 0,09ml de água destilada. As medidas de 12mm de diâmetro e 1,6mm de espessura foram padronizadas para os discos.

Inicialmente, o pH da água destilada no recipiente estéril foi medido antes da submersão dos corpos de prova através do Medidor de pH mPA210 CienlaB. Os corpos de prova de cada material, após 3h da manipulação, foram colocados em

frascos estéreis com 7,75ml de água destilada e armazenados a 37°C, para simular a temperatura corporal.

Após a imersão do corpo de prova em 7,5ml de água destilada com pH 7,0, o pH foi aferido nos intervalos de 3, 24, 72, 168 e 336 horas. Para cada período determinado, obteve-se a leitura do pH do meio no qual foi imerso o corpo de prova. Foram obtidas as três aferições para cada material, estabelecendo-se ao final, a média aritmética. Durante todo o experimento, a leitura do pH foi realizada no mesmo recipiente, sem que houvesse a substituição da água destilada.

4.2.2.2 Lixiviação

Para esse ensaio foram utilizados, aproximadamente, 1g de cada amostra. A partir dessa quantidade foram confeccionados discos das amostras de MTA, PCB e PCBS com 12mm de diâmetro e espessura de 2mm. Antes da imersão dos discos das amostras na solução de ácido clorídrico a 1molar, foi registrado o peso inicial de cada amostra. As amostras foram novamente pesadas após 9h de imersão na solução ácida. Os discos com a idade de 3h após a manipulação foram inicialmente pesados. Foi preparada uma solução ácida de HCl, 1mol/L. Os discos foram inseridos em 50ml dessa solução, conforme a figura 9 e após 30 minutos de inserção, a solução foi misturada até se tornar homogênea. Um pequeno conteúdo da solução homogênea foi levado para análise na fluorescência no aparelho, marca Shimadzu, modelo EDX-720, através de um tubo de poliéster com um fino filme de polipropileno (figura 10). O procedimento foi repetido para o intervalo de 1h, 2h, 3h e 4 horas após a inserção. Os elementos químicos liberados por cada amostra foram registrados durante o experimento. Após a execução do ensaio, os discos foram submetidos a uma nova pesagem com intuito de verificar o percentual de massa perdida.

A metodologia para o ensaio foi baseada nos estudos de Camilleri et al. (2011). Esse ensaio foi realizado para verificar os principais elementos químicos liberados durante a lixiviação e o percentual, já que os cimentos são colocados em contato com o corpo humano.

Figura 9 – Ensaio de lixiviação



Inserção dos discos das amostras na solução de HCl

Fonte: foto do autor

Figura 10 – Recipiente utilizado para o ensaio de lixiviação



Tubo de poliéster com filme de polipropileno utilizado para levar parte da solução.

Fonte: foto do autor

4.2.2.3 Microdureza

A metodologia adotada para esse ensaio seguiu os parâmetros adotados por Parirokh e Torabinejad (2010) e Saghiri et al. (2010).

Foram confeccionados discos das amostras de MTA, PCB e PCBS. Os discos apresentavam 12mm de diâmetro e 1,6mm de espessura, conforme a figura 11 e 12. As superfícies dos discos foram polidas com discos de carborum com a finalidade de se obter uma superfície plana. O teste de dureza Vickers foi realizado para cada amostra utilizando o microdurômetro HMV 2T, Shimadzu. Três impressões foram realizadas nas superfícies polidas dos discos com idades de 7, 28 e 56 dias. Os comprimentos das diagonais de cada impressão foram medidos com o microscópio acoplado ao equipamento e o valor da dureza foi calculado a partir da média das

duas diagonais. Como a superfície dos corpos de prova das amostras possuía baixo contraste, foi realizado tratamento das superfícies a serem analisadas com tinta preta Japan Stamp[®] reabastecedor de marcador para quadro branco.

Nekoofar et al. (2010) *apud* Kim et al. (2012) não encontrou nenhuma diferença significativa entre os valores de microdureza obtidos depois de 4 dias e 180 dias. Os autores recomendaram que a microdureza de superfície fosse medida depois de 4 dias. Por esse motivo, o ensaio foi realizado com medidas a partir do sétimo dia de idade dos corpos de prova.

Figura 11 – Medida do diâmetro do corpo de prova



Fonte: foto do autor

Figura 12 – Medida da espessura do corpo de prova



Fonte: foto do autor

4.2.2.4 Dilatação térmica

A técnica de dilatometria foi utilizada para verificar a variação linear do material quando submetido a diferentes temperaturas. Todas as amostras foram misturadas com água destilada, seguindo as normas de preparação do fabricante de MTA.

As amostras foram posicionadas no equipamento Netzch Dil 402C sendo aquecidas com uma taxa de 5°C/min. em um intervalo de temperatura entre 30°C a 67°C. Esse intervalo de temperatura foi estabelecido baseado na referência bibliográfica de Palmer et al. (1992) *apud* Santos et al. (2008) que avaliaram as variações extremas de temperatura produzidas oralmente pela ingestão de alimentos quentes e frios. A

variação seria de 0 a 67°C, mas o equipamento não apresentava meio de resfrição, sendo assim, os ensaios foram realizados na faixa de 30 a 67°C.

Foram preparadas dois corpos de prova de cada amostra com dimensões de 20mm de comprimento e 10mm de largura, figuras 13 e 14. Os ensaios foram realizados nos corpos de prova 3 horas após a manipulação e após completarem a idade de 7 dias.

Figura 13 – Estrutura utilizada para confecção dos corpos de prova.



Forma utilizada para preparação do corpo de prova - largura

Fonte: foto do autor

Figura 14 – Comprimento da forma



Aspecto do comprimento da forma utilizada para preparação do corpo de prova

Fonte: foto do autor

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Espectrometria de fluorescência de raios X (EDX)

A realização da análise química por fluorescência de raios X de modo semi-quantitativo não inviabilizou a visualização da semelhança na composição química dos cimentos estudados. A tabela 5 indica os valores aproximados em porcentagem dos elementos.

Tabela 5 – Composição elementar das amostras pelo ensaio de fluorescência

Amostras	Elementos químicos identificados pelo ensaio de fluorescência %							
	Ca	Bi	Si	S	K	Fe	Pt *	Sr
MTA	66,44	28,85	4,12	0,54		0,06		
PCB	65,85	29,56	3,55	0,60	0,16	0,22		0,05
PCBS	62,94	29,82	5,38	0,88	0,36	0,29	0,27	0,06

*A presença de platina pode ser indício de contaminação dessa amostra.

Pelos resultados encontrados é possível observar que os cimentos (MTA, PCB e PCBS) apresentam composição química similar. Os três elementos colocados como majoritários (Ca, Bi e Si) são encontrados em proporções similares nas três amostras. Essa similaridade, também foi encontrada por Darvell e Wu (2011) que demonstraram a semelhança química entre o MTA e o cimento Portland branco através de estudos comparativos da composição elementar e da composição de fases através de difrações de raios-X e energia dispersiva de raios X (EDX). De acordo com os autores, o MTA e o cimento Portland apresentam componentes comuns como o CaO, que compõe 50-75% da massa, SiO₂ e Al₂O₃ que constituem 15-25% da massa e MgO e Fe₂O₃, com cerca de 2-5% da massa. O restante são metais pesados e impurezas de minério encontrados no cimento Portland e MTA.

Asgary et al. (2009) mostraram que os elementos predominantes no MTA e cimento Portland com adição de óxido de bismuto são cálcio, silicatos e óxidos de bismuto. A quantidade de fósforo se encontra perto do limite de detecção, sendo assim, ele não é um elemento significativo nos cimentos.

A presença de silício, cálcio, potássio, magnésio, alumínio e bismuto no MTA e no cimento Portland foi encontrada por outros autores (OLIVEIRA et al., 2007; CAMILLERI, 2008; HWANG et al., 2011; GARCIA et al., 2011). Parirokh e Torabinejad (2010) relataram que o MTA branco apresenta valores mais baixos de alumínio e enxofre que o cimento Portland branco. Os resultados dos autores foram semelhantes aos encontrados nesse estudo, com exceção do alumínio que não foi detectado pela técnica utilizada.

Alguns elementos químicos que aparecem na composição do MTA, fornecida pelo fabricante, não foram identificados, como os álcalis potássio, sódio e magnésio, além do alumínio. A não identificação desses elementos não significa a ausência dos mesmos. Os elementos, por estarem em baixa concentração, podem não ter sido identificados, ou seja, poderiam estar abaixo do limite de detecção da técnica utilizada.

A presença de platina no PCBS pode ser um indício de material contaminante para essa amostra.

A semelhança na composição química leva a pensar que a funcionalidade dos cimentos é muito próxima.

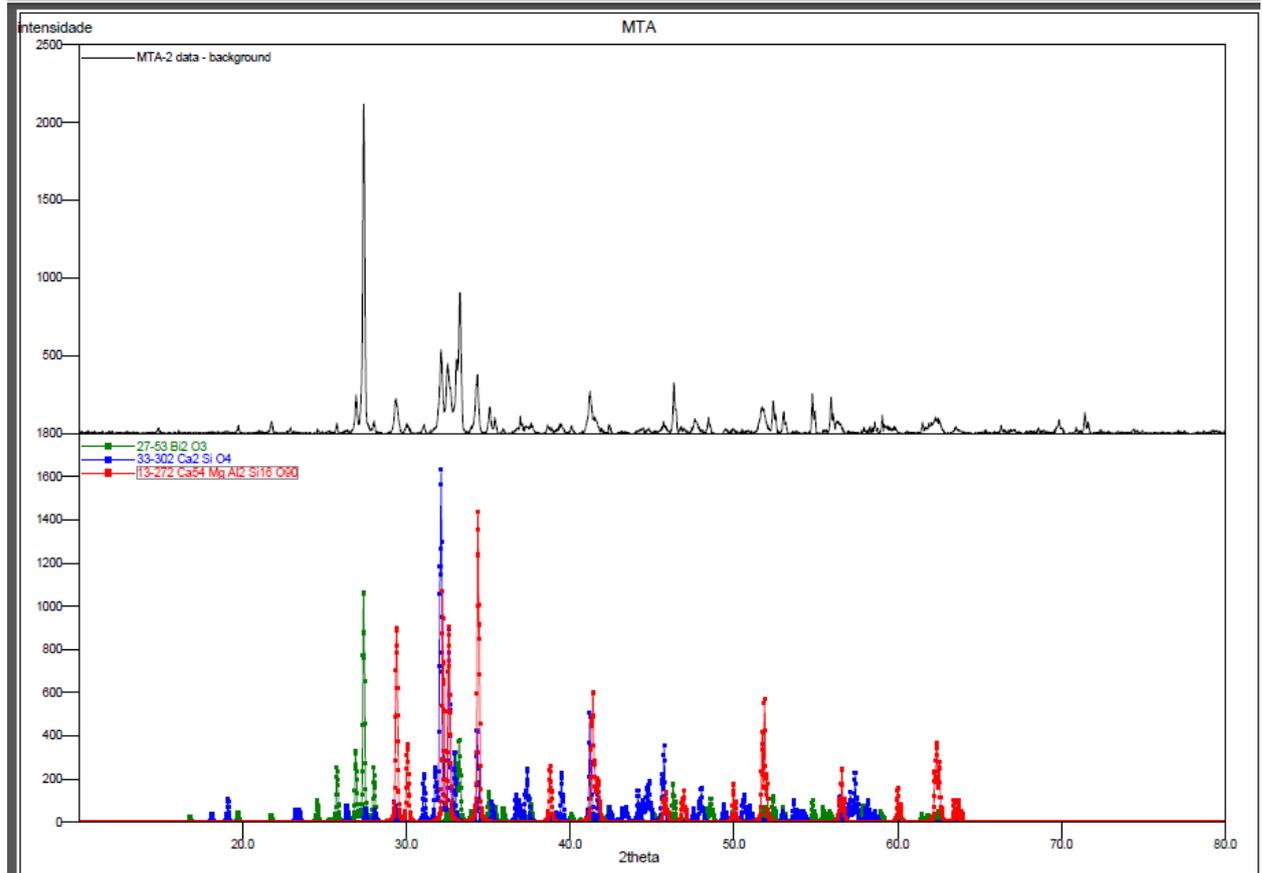
5.2 Difração de raios X (DRX)

O ensaio de difração de raios X foi realizado para identificar as fases cristalinas dos cimentos.

As principais fases cristalinas identificadas nos três cimentos foram silicato de cálcio, larnita (Ca_2SiO_4), óxido de bismuto, magnésio e cálcio, que podem ser uma formação secundária. Esses resultados são semelhantes aos mencionados na literatura (GARCIA et al., 2011; CAMILLERI, 2008; VOSOUGHOSSEINI et al., 2008; HWANG et al., 2011; CHEDELLA e BERZINS, 2010) que relatam a semelhança existente entre o MTA e o cimento Portland, em relação à composição. Segundo esses autores, o MTA e o cimento Portland apresentam em sua composição silicato tricálcico, silicato dicálcico e óxido de bismuto, apenas no MTA,

como compósitos principais. As figuras 15, 16 e 17 são os difratogramas do MTA, PCB e PCBS, respectivamente.

Figura 15 – Difratograma do cimento MTA

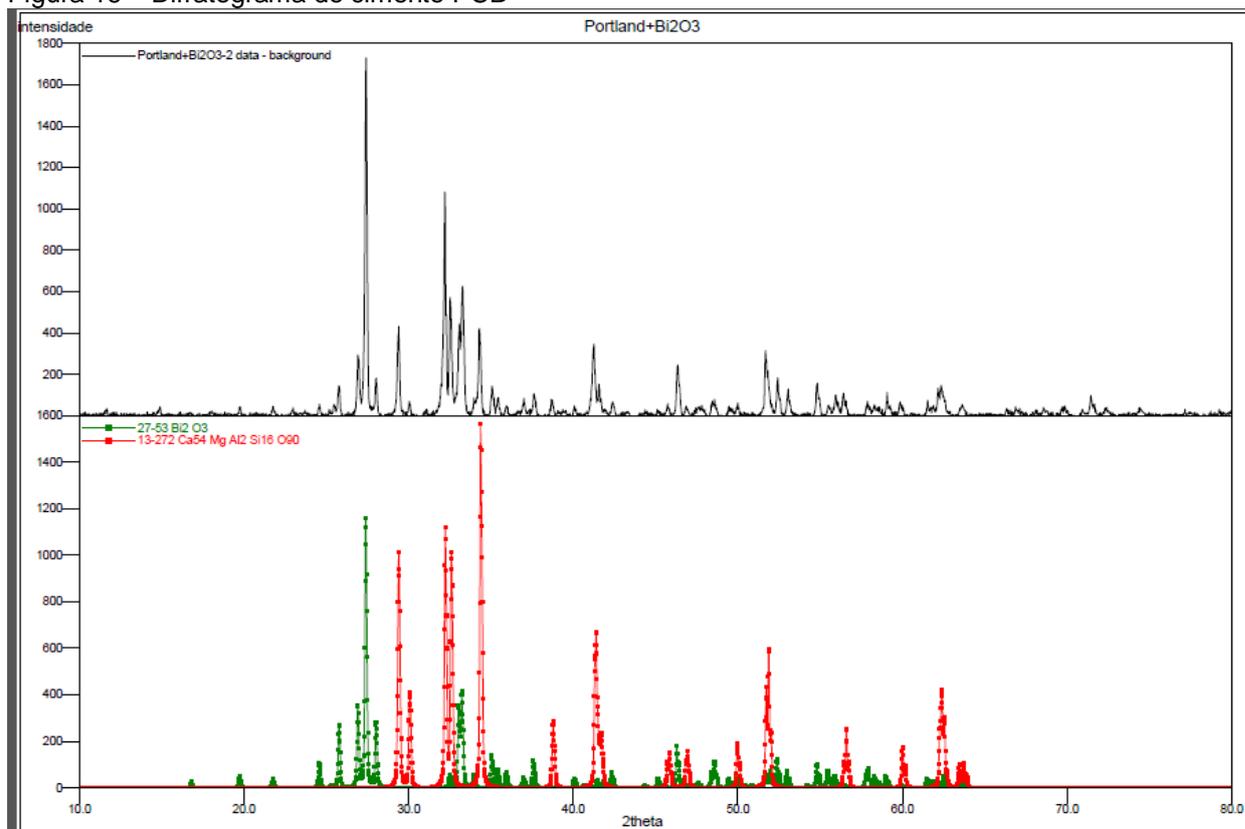


Difratograma do MTA que ilustra a presença dos principais constituintes o silicato de cálcio, larnita, óxido de bismuto e Mg e Ca.

Fonte: Figura extraída do programa Crystallographica Search- Match a partir dos dados do ensaio.

Através da análise foi possível observar que a amostra de MTA apresentou como fases majoritárias o silicato de cálcio, o mineral larnita (Ca_2SiO_4) e óxido de bismuto. Como fases secundárias foram identificados o cálcio e magnésio. Os minerais calcita (CaCO_3) e periclásio (MgO) não puderam ser identificados com maior precisão nas associações dos minerais devido à sobreposição dos picos de difração e presença de fase amorfa (picos não identificados).

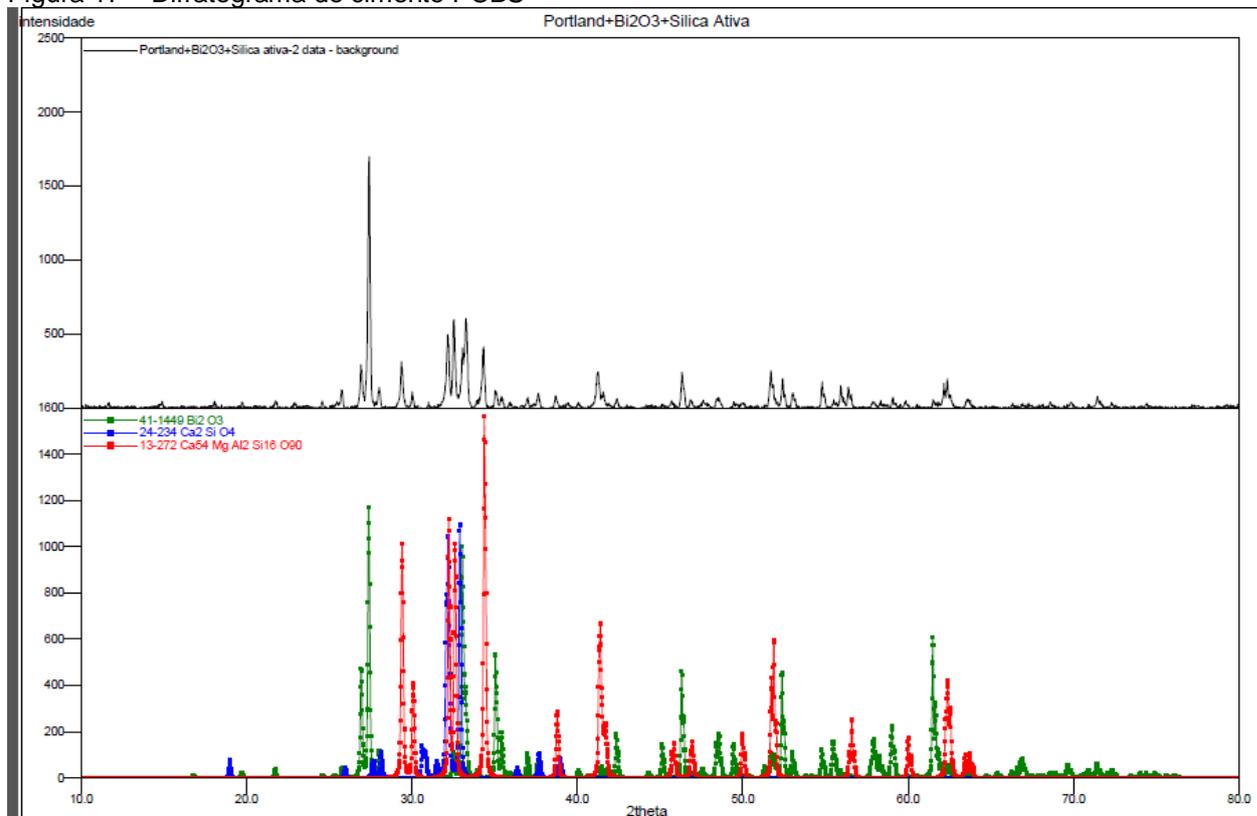
Figura 16 – Difratoograma do cimento PCB



Difratoograma do PCB que ilustra a presença de óxido de bismuto, cálcio, magnésio, alumínio e silício. Fonte: Figura extraída do programa Crystallographica Search- Match a partir dos dados do ensaio.

A amostra do cimento Portland com óxido de bismuto apresentou como fases majoritárias o óxido de bismuto e silicato de cálcio. Como fases secundárias foram encontradas as associações de minerais que contém Ca, Mg, Al, Si e O. As estruturas cristalinas não foram identificadas com maior precisão nas associações dos minerais devido à sobreposição dos picos de difração e presença de fase amorfa.

Figura 17 – Difratoograma do cimento PCBS



Difratoograma do PCBS que ilustra a presença de silicato dicálcico, óxido de bismuto, cálcio, magnésio, alumínio e silício.

Fonte: Figura extraída do programa Crystallographica Search- Match a partir dos dados do ensaio.

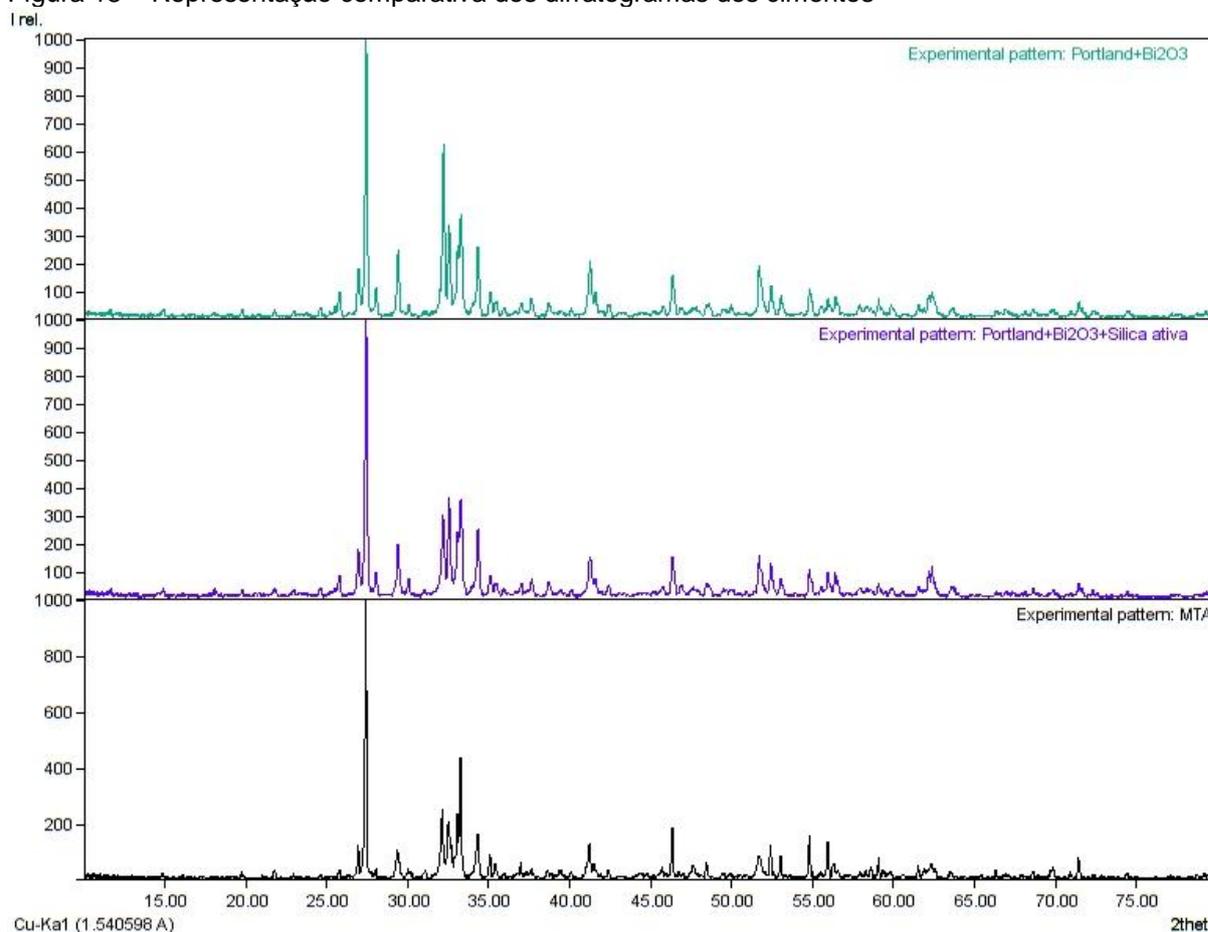
O difratograma do PCBS é mais similar ao difratograma do MTA em relação ao PCB. A amostra do PCBS apresentou as mesmas fases majoritárias que o MTA. Foi possível identificar o óxido de bismuto, o mineral larnita e o silicato de cálcio. Como fases secundárias foram encontradas associações de minerais que podem conter o periclásio e a calcita. A adição de sílica ativa pode ter contribuído para a identificação do mineral larnita.

Há uma semelhança muito grande nos difratogramas dos três cimentos. As diferenças estão mesmo na intensidade de alguns picos que podem indicar a maior quantidade daquela espécie cristalina na amostra de pico mais intenso. As amostras de cimento Portland, PCB e PCBS, apresentaram, qualitativamente, maior porcentagem de fase amorfa do que a amostra de MTA.

Hwang et al. (2011) afirma que o MTA é essencialmente de cimento Portland com a proporção de quatro partes de cimento Portland para uma parte de óxido de bismuto

(04:01). O MTA tem a composição semelhante ao cimento Portland com adição de óxido de bismuto, mas esses materiais não são idênticos. Através dos difratogramas, presente na figura 18 é possível verificar que um cimento não é exatamente igual ao outro. Há a presença de picos semelhantes, mas em intensidades diferentes nos difratogramas dos materiais. Embora as amostras apresentem muitos elementos químicos em comum, os compostos formam diferentes minerais, por esta razão os componentes são muito próximos, porém, na estrutura química se diferem. Garcial et al. (2011) cita que a difração de raios X possui um intervalo de confiança de 97 a 99%, mas isso não possibilita a classificação dos cimentos como totalmente iguais ou diferentes.

Figura 18 – Representação comparativa dos difratogramas dos cimentos



Comparação dos difratogramas das amostras de PCB, PCBS e MTA. Os difratogramas apresentam picos e as intensidades semelhantes, mas não iguais.

As semelhanças entre os cimentos PCB, PCBS e MTA é notável. A análise comparativa dos difratogramas, figura 18, permite a visualização de estruturas

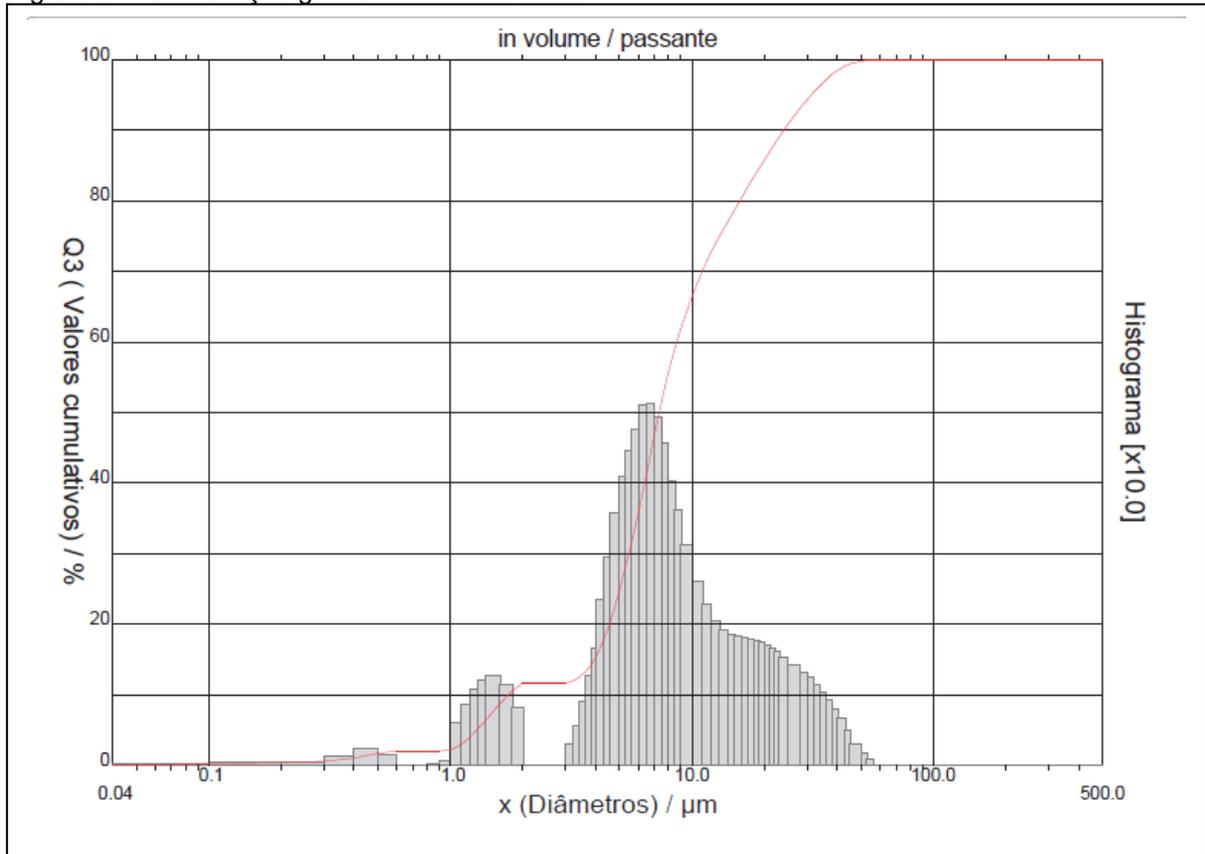
cristalinas semelhantes identificadas pela técnica de difração. De acordo com Islam et al. (2006), a difração de raios-X é um método para analisar a estrutura de ligas. Segundo esses autores, a técnica de difração é útil para a análise e estudo de cimentos, uma vez que a técnica permite a identificação dos principais produtos cristalinos.

Fases cristalinas contendo os elementos químicos minoritários não puderam ser identificadas ou por estarem em baixa quantidade ou terem baixo grau de cristalinidade, não sendo, portanto, observada no difratograma. Outro fator que pode ocorrer é que alguns elementos são substituintes em fases cristalinas identificadas, mas em baixíssima quantidade não influenciando significativamente numa mudança do difratograma.

5.3 Granulometria a laser

Os resultados da distribuição granulométrica acumulada para as amostras de MTA, PCB e PCBS são apresentados nas figuras 19, 20 e 21.

Figura 19 – Distribuição granulométrica do MTA

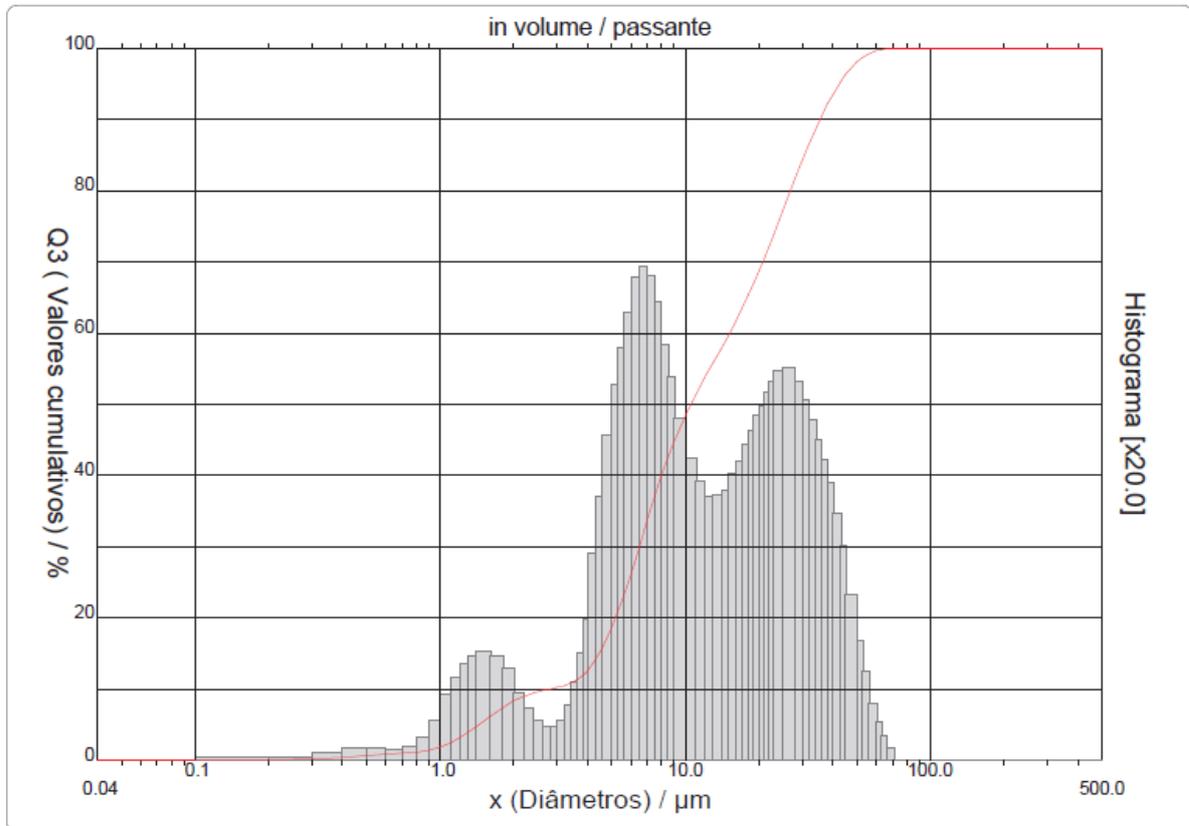


Distribuição dos valores acumulados em função do diâmetro das partículas do MTA

Fonte: Certificado do CETEC-SENAI

A distribuição granulométrica do MTA tem caráter bimodal, ou seja duas fases distintas com a presença de partículas mais finas em pequena proporção e um maior número de partículas nas faixas granulométricas com maiores diâmetros.

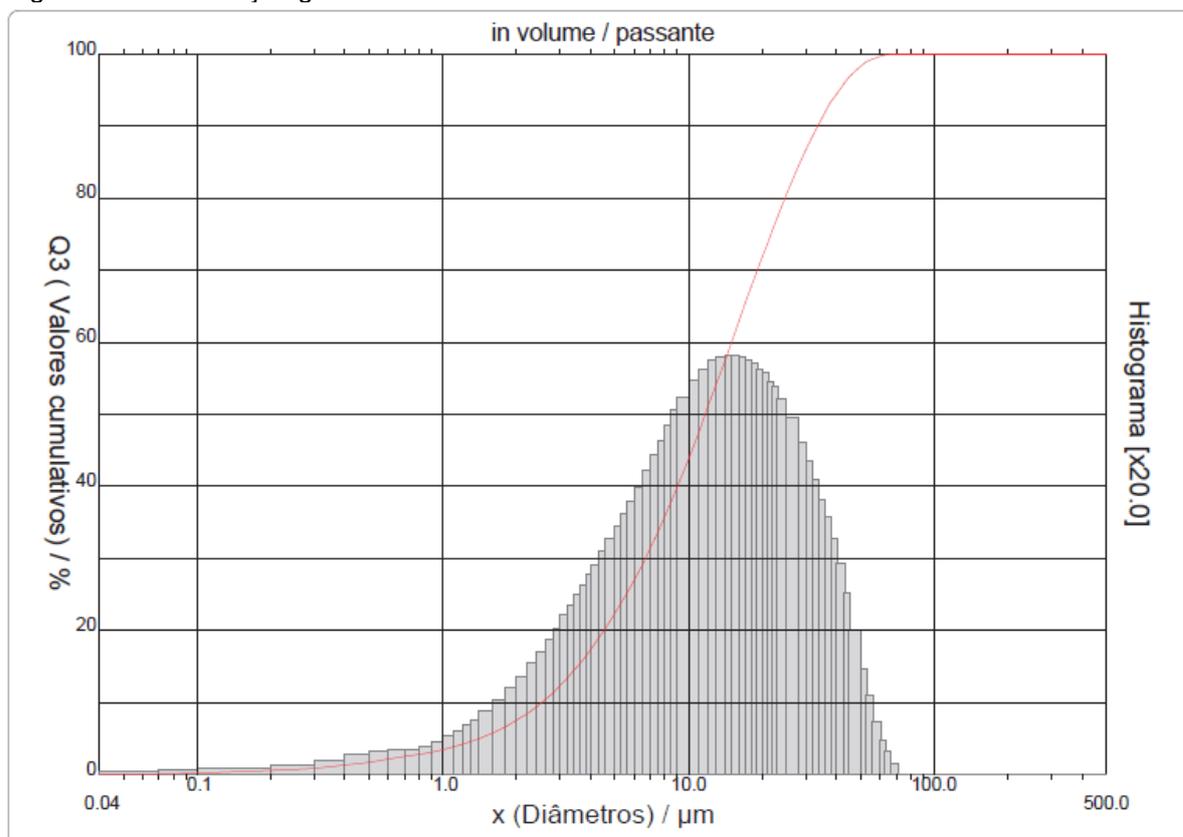
Figura 20 – Distribuição granulométrica do PCB



Distribuição dos valores acumulados em função do diâmetro das partículas do PCB
 Fonte: Certificado do CETEC-SENAI

O cimento PCB apresentou a distribuição granulométrica semelhante ao MTA, porém, apresenta maior quantidade de suas partículas na faixa granulométrica com maiores diâmetros. O caráter bimodal desse cimento é marcado pela presença de áreas com aglomeração das partículas que representa uma característica dos cimentos quando em contato com líquidos polares como a água.

Figura 21 – Distribuição granulométrica do PCBS



Distribuição dos valores acumulados em função do diâmetro das partículas do PCBS

Diferente do MTA e do PCB, o cimento PCBS apresentou uma distribuição granulométrica homogênea, sem a presença de áreas de aglomeração. A maior quantidade de partículas está localizada em faixas granulométricas com diâmetros maiores em relação ao MTA.

A tabela 6 estabelece uma comparação entre a distribuição do tamanho de partículas das amostras do MTA, PCB e PCBS, obtidas por granulometria a laser.

Tabela 6 – Distribuição das partículas das amostras de MTA, PCB e PCBS.

MTA		PCB		PCBS	
Distribuição granulométrica	D _{10%} = 1,74μm D _{50%} = 7,33μm D _{90%} =24,08μm	Distribuição granulométrica	D _{10%} = 2,76μm D _{50%} =10,54μm D _{90%} =35,48μm	Distribuição granulométrica	D _{10%} = 2,52μm D _{50%} =11,71μm D _{90%} =33,55μm
Dimensão média	10,58μm	Dimensão média	15,74μm	Dimensão média	15,22μm

Esses resultados mostram que o MTA apresenta partículas menores em relação aos cimentos PCB e PCBS. A distribuição granulométrica do MTA inicia com valores de

diâmetros abaixo do valor inicial da distribuição granulométrica das amostras de PCB e PCBS. De acordo com Darvell e Wu (2011) o cimento Portland tem, aproximadamente, 70% das suas partículas com diâmetro na faixa de 6 – 10 μ m. Esse valor não foi compatível com o encontrado no ensaio, pois 50% das partículas do cimento Portland encontram-se na faixa 10,54 – 11,71 μ m. Para o MTA, os valores encontrados foram similares aos relatados pelos autores, que afirmam que o MTA apresenta cerca de 65%, 73%, 48% ou 53% de suas partículas na faixa de 6 – 10 μ m, considerando que 50% das partículas do MTA se encontram com 7,33 μ m de diâmetro.

O MTA é um material fino em relação aos cimentos PCB e PCBS. A menor granulometria do MTA é também relatada por Borges (2008). O diâmetro médio do MTA está em torno de 10,58 μ m, abaixo PCBS que apresenta diâmetro médio de 15,22 μ m e do PCB com 15,74 μ m. A análise da distribuição granulométrica dos três cimentos evidencia a menor granulometria do MTA em relação aos dois cimentos, pois o PCB e PCBS que apresentam maior distribuição de partículas nas classes com diâmetros acima de 10 μ m. O fato do MTA ter apresentado menor granulometria está de acordo com os resultados encontrados por Parirokh e Torabinejad (2010), que afirmaram que o MTA branco apresenta partículas mais finas do que o cimento Portland. De acordo com Asgary et al. (2009), o MTA apresenta maior homogeneidade de partículas que variam de 1 a 10 μ m e de 1 a 30 μ m. Valores semelhantes aos encontrados no experimento.

A diferença entre o diâmetro médio do PCB e do PCBS pode ser explicada pelas partículas mais finas da sílica ativa em relação ao grão de cimento, proporcionando uma menor variação na distribuição do tamanho das partículas. Além disso, a sílica ativa é um material pozolânico que contribui com a redução do diâmetro médio das partículas e contribui para apresentar uma melhor distribuição de tamanho de grãos, maior homogeneidade da distribuição do tamanho das partículas (empacotamento das partículas). Ao comparar a distribuição granulométrica dos cimentos MTA, PCB e PCBS, nota-se que a curva de frequência do cimento PCBS apresenta maior suavidade em relação às curvas do MTA e do PCB.

A análise da distribuição granulométrica é importante, pois de acordo com Asgary et al. (2009), a composição, o tamanho das partículas e as propriedades químicas de um material fornecem dados que podem revelar porque o material trabalha efetivamente ao interagir com tecidos do corpo.

O tamanho da partícula e forma podem afetar as propriedades físicas dos cimentos Portland. Partículas menores permitem um aumento no tamanho da superfície disponível para hidratação e aumenta a força. O tamanho de partícula pequeno é um aspecto importante para interação com os tecidos vivos, pois uma superfície lisa promove menor irritação (ASGARY et al., 2009; GOEL et al., 2011; PARIROKH e TORABINEJAD, 2010).

5.4 Área Superficial – B.E.T

A tabela 7 registra os valores encontrados para a determinação da superfície específica pelo método BET das amostras de MTA, PCB e PCBS.

Tabela 7 - Análise por adsorção de nitrogênio por B.E.T

Amostra	Área superficial (m^2g^{-1})
MTA	3,9
PCB	5,3
PCBS	5,8

O ensaio BET fornece a avaliação do tamanho médio e do volume de poros, conforme na tabela 8.

Tabela 8 - Determinação do tamanho médio de poros e volume de poros.

Amostra	Tamanho Médio de Poros (Å)	Volume de Poros (cm^3g^{-1})
MTA	27,0	0,005
PCB	26,9	0,007
PCBS	28,8	0,008

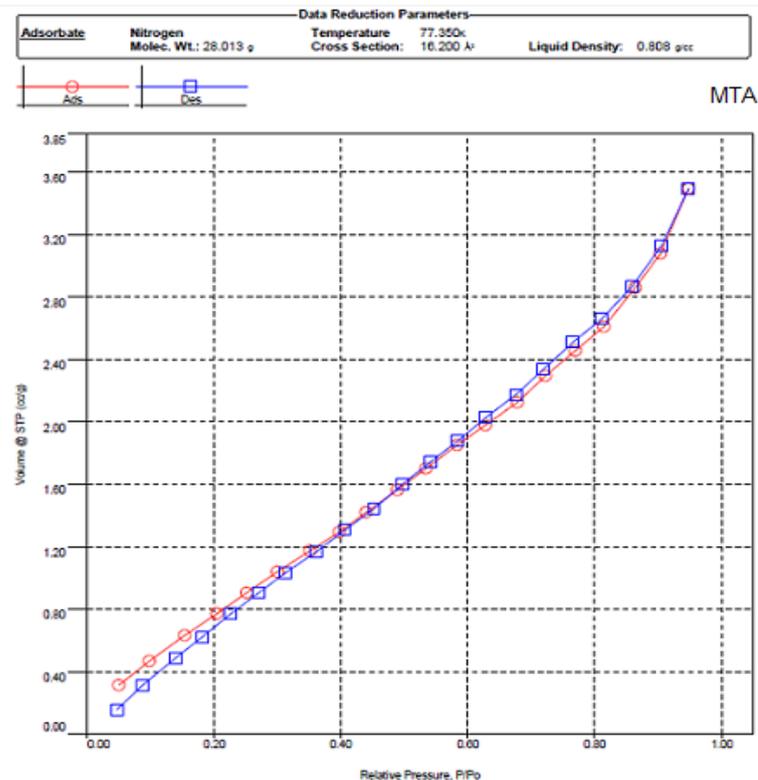
A área superficial encontrada para o MTA esta diferente da encontrada para os cimentos PCB e PCBS que apresentam valores próximos aos encontrados por Motta

et al. (2012) que encontrou área de 6,054 e 6,336(m²g⁻¹) e volume de poro da ordem de 0,0021 a 0,0102 cm³ g⁻¹ para cimentos endodônticos, já comercializados, com óxido de bismuto em sua constituição.

O MTA é o cimento que apresenta o menor tamanho de partículas. De acordo com Reis (2013), o MTA deveria apresentar maior área superficial, já que a autora afirma que quanto menor o tamanho de partícula, maior será a área superficial. E, ainda de acordo com essa afirmativa, o PCB deveria apresentar menor área superficial. Isso não ocorreu porque o formato e a distribuição de tamanho e forma dos poros interferem na área superficial. Como o PCB apresenta o maior volume e tamanho de poros, a sua área superficial é a maior.

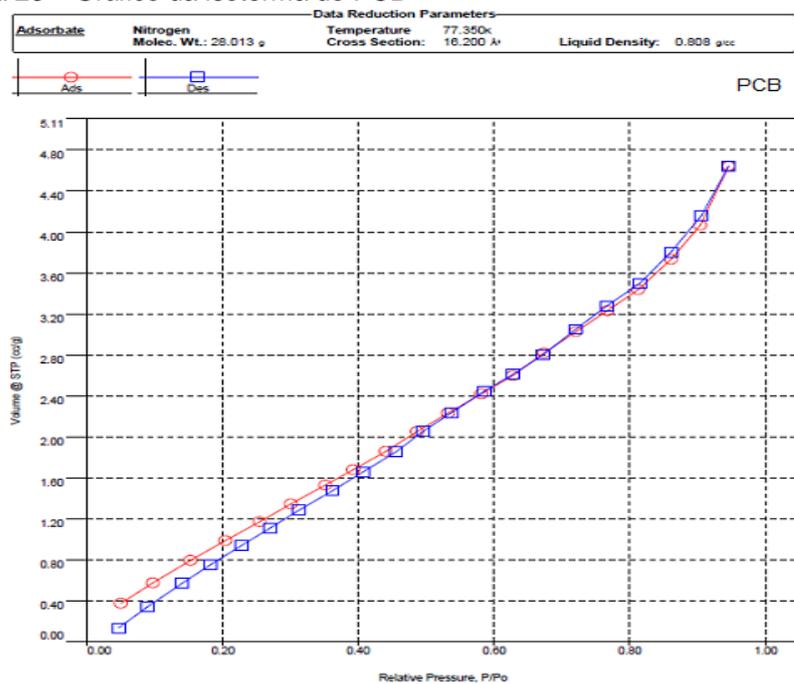
O gráfico da quantidade de gás adsorvido, a temperatura constante contra a pressão de adsorção, é chamado de isoterma de adsorção. De acordo com Reis (2013), as isotermas auxiliam na determinação da capacidade de adsorção do material e, além disso, ajudam na visualização do desempenho do sistema de adsorção. As figuras 22, 23 e 24 ilustram as isotermas dos cimentos utilizados no experimento.

Figura 22 – Gráfico com a isoterma do MTA



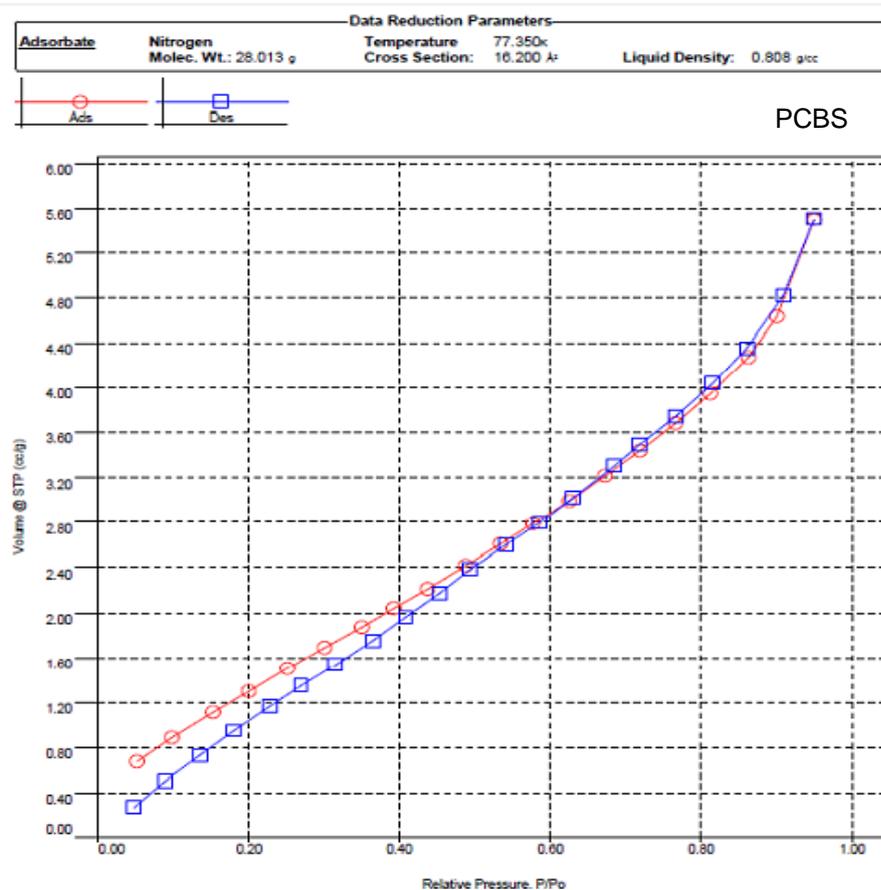
Representação da isoterma do MTA, na qual estão representadas a adsorção e dessorção.

Figura 23 – Gráfico da isoterma do PCB



Representação da isoterma do PCB, na qual estão representadas a adsorção e dessorção.

Figura 24 – Gráfico da isoterma do PCBS



Representação da isoterma do PCBS, na qual estão representadas a adsorção e dessorção.

As isotermas dos cimentos, MTA, PCB e PCBS, são convexas em relação ao eixo de pressão o que é característico de resultados da pequena interação adsorvato/adsorvente. As isotermas dos três cimentos são representações características de isotermas que possuem adsorventes porosos.

O MTA apresentou menor volume de gás adsorvido e menores histereses resultado da sua menor área superficial e menor volume de poros em relação ao PCB e o PCBS.

O MTA apresenta menor área superficial em relação aos cimentos PCB e PCBS devido à distribuição do tamanho e volume de poros menores do que os outros dois cimentos. A menor quantidade de poros é importante para a Odontologia, pois a presença de poros nos cimentos aumenta a chance de microinfiltração diminuindo, assim, o selamento ideal do material. O cimento com menor área superficial pode apresentar menor irritação tecidual para o organismo, já que apresenta forma mais regular e o contato do material com os tecidos torna-se menor.

5.5 Atividade pozolônica

O ensaio de atividade pozolônica químico pelo método de Chapelle Modificado foi realizado apenas para constatar a atividade pozolônica da sílica ativa. A quantidade de hidróxido de cálcio consumido por grama da sílica ativa foi de 1596mg à temperatura de $90\pm 5^{\circ}\text{C}$.

Segundo definições da norma NFP 18-513 (2010) - Pozzolanic Addition For Concrete Metakaolin - Definitions, Specifications And Conformity Criteria, empregada para metaculim, a reatividade pozolônica não deve ser inferior a 700 mg $\text{Ca}(\text{OH})_2/\text{g}$. O resultado encontrado está bem acima do limite inferior estabelecido (700mg de $\text{Ca}(\text{OH})_2/\text{g}$), o que prova, quimicamente, a atividade pozolônica da sílica ativa.

5.6 Tempo de presa

A tabela 9 apresenta o tempo de presa dos cimentos. O MTA apresentou menor tempo de presa, em relação aos cimentos PCB e PCBS. Essa diferença pode ser explicada pela quantidade de gesso em cada cimento. De acordo com Darvell e Wu (2011), o MTA contém cerca de metade da proporção de gesso presente no cimento Portland.

Tabela 9 - Relação do tempo de presa inicial e final dos cimentos

Amostra	Tempo de presa inicial (min)	Tempo de presa final (min)
MTA	10	50
PCB	40	110
PCBS	33	103

Alguns autores relataram que o MTA apresenta um tempo de presa muito longo, cerca de 3 a 4h (TORABINEJAD et al., 1995 *apud* BELARDINELLI et al., 2007; LEE et al., 1993 *apud* BELARDINELLI et al., 2007; WELDON et al., 2002 *apud* BELARDINELLI et al., 2007). Parirokh e Torabinejad (2010) relataram o tempo de presa final do MTA com valor de 165min. Saghiri et al. (2010) afirmam que o tempo de presa final do cimento Portland é de 159min. Esses resultados foram diferentes dos encontrados nesse estudo. Essas diferenças podem ser atribuídas aos diferentes métodos utilizados, agulhas de Gillmore e a técnica de Vicat (ISO – 6876).

Kogan et al. (2006) *apud* Borges (2008) relataram para o MTA o tempo de presa final em 50min, que foi igual ao encontrado nesse estudo.

Asgary et al. (2009) afirmam que a distribuição de um menor tamanho de partículas pode sugerir que o tempo de presa poderá ser menor. Isso ocorreu nesse ensaio. O MTA que apresentava a maior finura obteve o menor tempo de presa.

O PCBS apresentou tempo de presa menor que o PCB por causa da adição da sílica ativa. De acordo com Camilleri (2008), a sílica diminui a quantidade de poros durante a hidratação, o que faz o processo acelerar. Além disso, a sua atividade pozolânica favorece a formação do silicato de cálcio o que acelera o processo.

5.7 Temperatura de hidratação

Esse ensaio foi realizado com o objetivo de analisar o calor liberado durante o intervalo do tempo de presa dos materiais.

O MTA apresentou calor de hidratação maior que o PCB e PCBS. Esse resultado era esperado, já que o MTA apresentava a menor finura entre os cimentos e consequentemente, maior reatividade. A figura 25 ilustra o gráfico de calor de hidratação para os cimentos em um intervalo de 3h.

Figura 25 – Gráfico da temperatura de hidratação dos cimentos

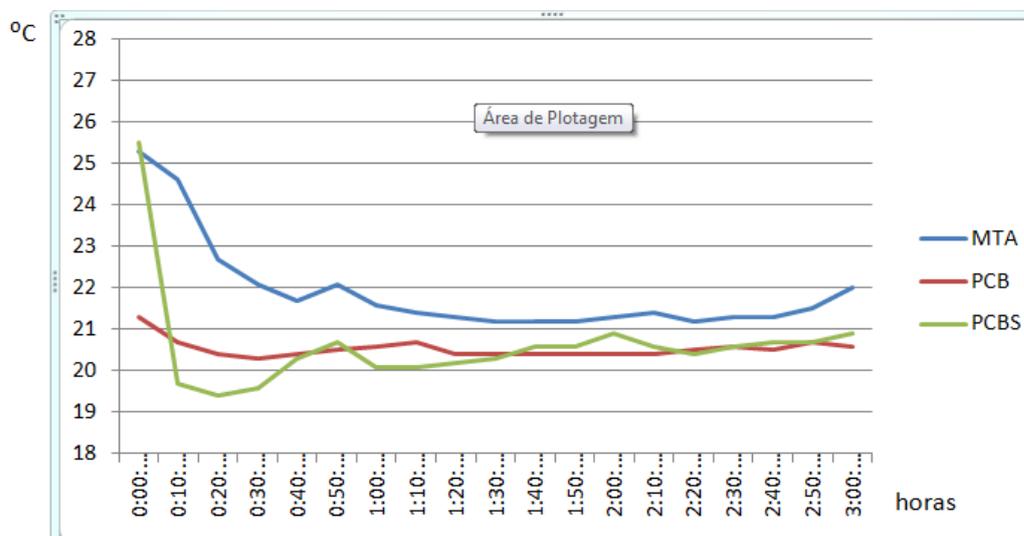


Gráfico do calor de hidratação para os cimentos no intervalo de 3h.

A hidratação do MTA e do cimento Portland é um processo exotérmico, mas na fase inicial de hidratação, acontecem reações endotérmicas que representam as quedas de temperaturas presentes no gráfico.

A maior reatividade do MTA é dada pelo menor tamanho de suas partículas. Esse resultado é favorável para a Odontologia, já que o material é inserido em um ambiente úmido. A maior reatividade proporciona um tempo de presa final mais rápido o que favorece as propriedades do cimento em presença de umidade.

A tabela 10 descreve de forma detalhada as variações nas temperaturas no intervalo de três horas.

Tabela 5.9 Relação das temperaturas dos os cimentos durante a hidratação

	MTA	PCB	PCBS
	Temperatura	Temperatura	Temperatura
0:00:00	25,3	21,3	25,5
0:10:00	24,6	20,7	19,7
0:20:00	22,7	20,4	19,4
0:30:00	22,1	20,3	19,6
0:40:00	21,7	20,4	20,3
0:50:00	22,1	20,5	20,7
1:00:00	21,6	20,6	20,1
1:10:00	21,4	20,7	20,1
1:20:00	21,3	20,4	20,2
1:30:00	21,2	20,4	20,3
1:40:00	21,2	20,4	20,6
1:50:00	21,2	20,4	20,6
2:00:00	21,3	20,4	20,9
2:10:00	21,4	20,4	20,6
2:20:00	21,2	20,5	20,4
2:30:00	21,3	20,6	20,6
2:40:00	21,3	20,5	20,7
2:50:00	21,5	20,7	20,7
3:00:00	22	20,6	20,9

As temperaturas de hidratação do MTA são superiores às dos cimentos PCB e PCBS. Há momentos de quedas nas temperaturas que representam as reações

endotérmicas da hidratação e momentos em que as temperaturas sobem que podem estar relacionadas com as reações exotérmicas da hidratação dos cimentos.

De acordo com Stümer et al. (1994) apud Kirchheim (2003), o C_3A e o C_4AF determinam decisivamente a reação de hidratação, influenciando nas propriedades do cimento, tais como: dosagem, trabalhabilidade e na estrutura dos poros e no desenvolvimento da resistência. De acordo com Neville (1997), cimentos mais finos apresentam elevada quantidade de C_3A . Como o MTA apresentou o maior calor de hidratação e o menor tempo de presa, é possível pensar que o MTA apresente em sua composição maior quantidade de C_3A .

5.8 Análise de pH

O pH dos cimentos MTA, PCB e PCBS é mostrado na tabela 11. Os valores relatados são as médias para os valores dos três ensaios.

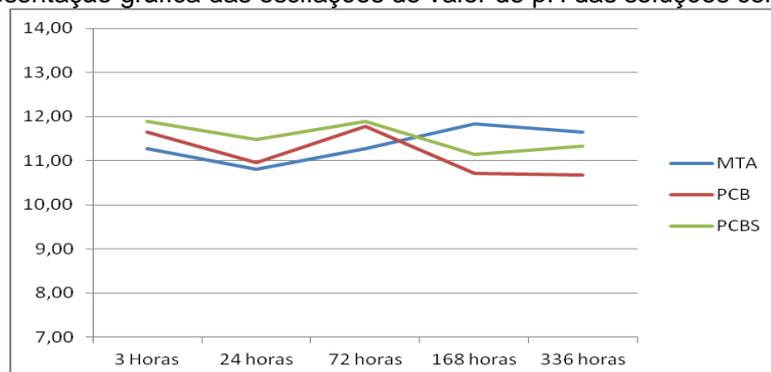
Tabela 11 - Valores das médias de pH da solução de inserção dos discos dos cimentos.

Amostras	Intervalo de tempo do ensaio				
	3horas	24horas	72horas	168horas	336horas
MTA	11.27	10.80	11.28	11.84	11.66
PCB	11.65	10.95	11.78	10.71	10.68
PCBS	11.90	11.48	11.89	11.14	11.34

Os três cimentos são alcalinos apresentando pHs que variam entre 10 e 12.

Nas primeiras 3h, as soluções contendo os cimentos apresentaram valores altos de pH. Após 24h foi possível observar uma queda no pH. Essa queda pode ser explicada por causa da conversão do hidróxido de cálcio para carbonato de cálcio (CHEDELLA E BERZINS, 2010). De acordo com Minotti (2011) o MTA apresenta, inicialmente após a manipulação, valor de 10.2 para o pH. Esse valor, após 3 horas, eleva-se para 12.5. As soluções contendo os cimentos do experimento apresentaram uma mudança nos valores do pH durante as primeiras horas e após 72h. Após essa oscilação, ocorreu uma estabilização nos valores de pH. As variações do pH dos cimentos estão representadas na figura 26.

Figura 26 – Representação gráfica das oscilações do valor de pH das soluções com os cimentos



Fonte: Dados do autor.

De acordo com Torabinejad et al. (1995) *apud* Belardinelli et al. (2007) o pH inicial da solução contendo MTA é de 10,2 com picos de 12,5. Esses valores foram próximos aos encontrados nesse ensaio.

Chedella e Berzins (2010), afirmam que a formação de hidróxido de cálcio no MTA e cimento Portland é semelhante. Segundo os autores há uma aumento na formação de hidróxido de cálcio entre 4 -12h e 12 -24h, após a estabilização há uma semana. Depois há uma diminuição na formação de hidróxido para ambos os cimentos. Comportamento semelhante ao dos cimentos MTA, PCB e PCBS, que não apresentaram valores de pH com diferenças significativas. Com base nesses resultados, é possível afirmar que a formação de hidróxido de cálcio no MTA foi semelhante à formação no PCB e PCBS o que é favorável para a utilização desses cimentos na Odontologia, pois o pH básico proporcionado pelo cimento no local da sua inserção favorece a sua biocompatibilidade e maior a atividade antimicrobiana do cimento.

De acordo com Camilleri (2008), o pH dos cimentos é alto durante o período de experimento -1 a 56 dias- variando entre 11 e 12. Há uma redução ligeira, que varia de 10 a 11,4, com o decorrer dos dias. Os cimentos MTA, PCB e PCBS apresentaram comportamentos semelhantes.

Em relação à adição de sílica ativa, havia dúvidas se esse material seria capaz de reduzir o pH do cimento Portland, mas não houve nenhuma redução brusca no valor do pH do PCBS. Esse comportamento foi similar ao relatado por Camilleri (2008), que afirma que a adição de micro-sílica não afeta os níveis de pH.

5.9 Lixiviação

Os pesos iniciais e finais das amostras estão registrados na tabela 12.

Tabela 12 - Registro do peso inicial e final dos corpos de prova

Cimento	Peso inicial (g)	Peso final (g)
MTA	1,1	0,3
PCB	1,0	0,3
PCBS	1,1	0,5

A mesma quantidade de pó foi estabelecida para cada cimento – 1g, com exceção do cimento PCBS que possui o acréscimo de 10% de sílica ativa. Ao realizar a hidratação, nota-se que os corpos de prova não apresentaram pesos iguais. Os produtos da hidratação podem ter apresentado um ganho no peso para cada cimento.

A perda de peso dos materiais na solução ácida foi um processo esperado. Parirokh e Torabinejad (2010), relataram que o MTA branco teve perda de peso 7 dias após a imersão em soluções fisiológicas com diferentes ph. Sendo assim, a perda de peso está relacionada com a liberação de íons de cálcio. O cimento PCBS apresentou menor perda de peso por causa da ação da sílica ativa que formou maior quantidade de silicato de cálcio hidratado e menor quantidade de Ca(OH)_2 , ocorrendo assim, menor liberação de íons Ca e, conseqüentemente, menor perda de peso. Além disso, a solubilidade do hidróxido de cálcio é maior que a do silicato de cálcio hidratado. O elemento com maior quantidade de silicato de cálcio hidratado, PCBS, apresentou menor perda de peso. Pode-se pensar que a sílica ativa proporcionou menor porosidade ao cimento PCBS, devido ao seu efeito filler e pozolânico, tornando o cimento PCBS mais resistente ao ataque químico.

Os elementos identificados pela fluorescência de raios X durante o intervalo de quatro horas em lixiviação estão descritos na tabela 13, 14 e 15.

Tabela 13 - Elementos identificados na lixiviação e a concentração para o cimento MTA no ensaio

Elementos liberados em ppm	Tempo (h) do MTA em solução de HCL a 1 molar				
	0,5	1	2	3	4
Ca	924,6	1331	1671,2	1956,2	2183,5
Cl		30151	30119,1	28347,4	28504
Bi		445,5	652,4	825	902,6
Pt			14,1	35,8	18,6

Tabela 14 - Elementos identificados na lixiviação e a concentração para o cimento PCB no ensaio

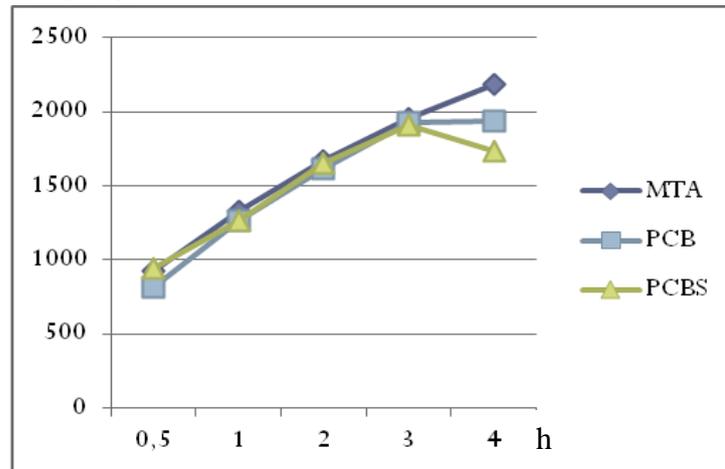
Elementos liberados em ppm	Tempo (h) do PCB em solução de HCL a 1 molar				
	0,5	1	2	3	4
Ca	813,4	1263,5	1616,7	1931	1936,7
Cl	31897,8	28656,5	31279	29860	28893,2
Bi	256,8	426,5	549	700	777,2
Pt					13,7
Cu		20,9			20,7

Tabela 15 - Elementos identificados na lixiviação e a concentração para o cimento PCBS no ensaio

Elementos liberados em ppm	Tempo (h) do PCBS em solução de HCL a 1 molar				
	0,5	1	2	3	4
Ca	940,6	1263,5	1649,2	1912,9	1739,1
Cl	31979,2	28656,5	28065,5	28342,6	26421,4
Bi	261,5	426,5	586	715,2	780,5
Pt				21,3	11,5

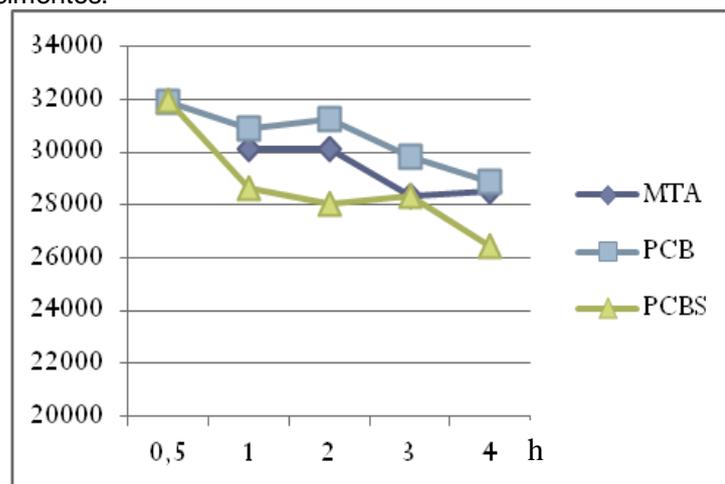
O Ca, Cl e Bi foram os principais elementos liberados nos três cimentos. A alta taxa de liberação de Ca também foi relatada por Camilleri et al. (2011). Para esses elementos, foi feita uma curva de comparação entre os cimentos com a porcentagem dos elementos liberados durante o intervalo de realização do ensaio. As figuras 27, 28 e 29 retratam a liberação dos elementos para os cimentos.

Figura 27 - Curva de comparação para a liberação de Ca nos cimentos.



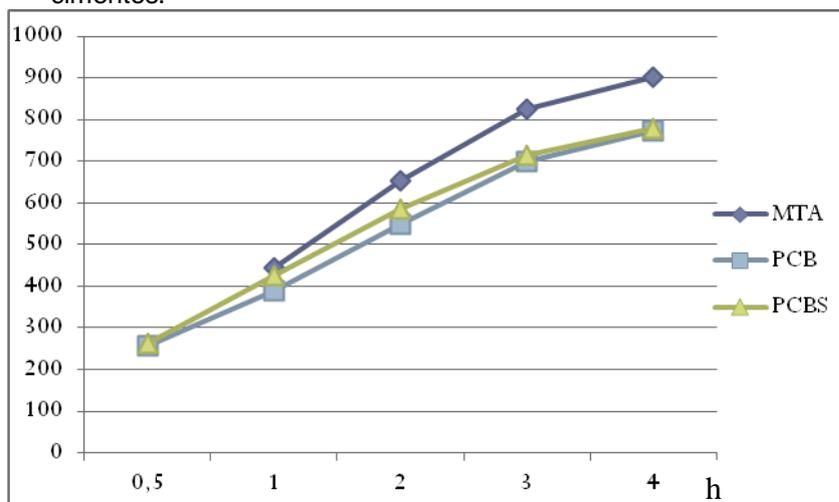
Fonte: dados do autor

Figura 28 - Curva de comparação para a liberação de Cl dos cimentos.



Fonte: Dados do autor

Figura 29 - Curva de comparação para a liberação de Bi dos cimentos.



Fonte: Dados do autor

A liberação de cálcio e bismuto foi crescente, para os cimentos MTA e PCBS, ao longo do ensaio. O cimento PCBS apresentou uma queda na liberação de íons cálcio em relação ao PCB e MTA no intervalo de 4h. Isso pode estar relacionado à adição de sílica ativa para o PCBS, pois a adição de sílica ativa afeta a taxa de liberação de íons cálcio por formar silicato de cálcio hidratado e diminuir a formação de hidróxido de cálcio (CAMILLERI, 2008). O óxido de bismuto, por apresentar maior dissolução em meio ácido, teve liberação crescente nos três cimentos. Essa liberação de íons bismuto não é preocupante para a Odontologia, pois os cimentos serão inseridos em meios básicos, não tendo uma estimulação para a dissociação do bismuto.

A presença de arsênio é uma preocupação para a utilização dos cimentos MTA e cimentos Portland na Odontologia. O arsênio é considerado uma substância tóxica que se deposita em órgãos como pulmão, fígado e rins através de corrente circulatória. Garcia et al. (2011) não encontraram presença de arsênio nas amostras analisadas em seus estudos. De acordo com os autores, a presença desta substância nos cimentos de Portland e MTA é muito baixa, que o torna insignificante sob o aspecto toxicológico. Segundo DARVELL e WU (2011), o conteúdo de arsênio de alguns cimentos Portland brancos é desprezível. A curva (L_i) utilizada para leitura dos elementos químicos pode não ter leitura para Sn e As. Por esse motivo, o Sn e As não foram relatados como elementos químicos liberados.

Nesse ensaio, não houve liberação de manganês e estrôncio. Esses elementos podem não ter sido identificados pela baixa quantidade ou por não serem perceptíveis à técnica utilizada.

Os valores de cobre e platina encontrados para os cimentos PCB e PCBS podem ser justificados pela execução do ensaio no período de hidratação do cimento, já que Schembri et al. (2010) citados por Minotti (2011) relatam que a maior liberação de íons metálicos ocorre no início da hidratação dos cimentos.

5.10 Microdureza

Os resultados da microdureza estão relatados na tabela 16.

Tabela 16 - Valores de microdureza encontrados para os cimentos MTA, PCB e PCBS em diferentes idades.

Cimentos	Valores de microdureza (Hv)					
	7 dias	Valor médio (HV)	28 dias	Valor médio (HV)	56 dias	Valor médio (HV)
MTA	7.15 6.70 8.87	7,57	23,2 20,9 21,4	21,83	37,9 43,0 45,2	42,03
PCB	6,61 6,73 6,53	6,62	48,7 51,1 50,8	50,2	21,3 23,6 22,1	22,33
PCBS	3.87 3.47 4.30	3,88	49,9 49,8 52,6	50,76	25,4 23,9 24,9	24,73

Através da análise dos resultados obtidos nesse ensaio é possível notar que o MTA superou a dureza dos cimentos PCB e PCBS nas idades de 7 e 56 dias. O valor de dureza do MTA para a idade de 56 dias é significativamente maior que do PCB e PCBS resultado semelhante ao encontrado por Vandereele et al. (2006) citado por Kim et al. (2012) que relataram que o MTA tem aumento de dureza em 72 e 96h após a manipulação. Parirokh e Torabinejad (2010) relatam que o MTA apresenta dureza consideravelmente maior que o cimento Portland. Segundo os autores, essa diferença pode ser atribuída a diferentes propriedades químicas e físicas dos materiais ensaiados.

O MTA apresenta menor tamanho de partículas do que o cimento Portland e, de acordo com Mehta e Monteiro (1994), a finura dos aglomerantes irá influenciar na resistência do material, proporcionando ao material de menor tamanho de partículas, uma maior resistência. Esse comportamento foi notado nesse ensaio. O MTA foi o material de maior finura e de maior dureza. O PCBS apresentou maior dureza que o cimento Portland. Camilleri (2008)(b) relata que a adição de sílica ativa resulta na formação de mais silicato de cálcio hidratado. Essa estrutura é responsável pela resistência do material. Em 7 dias, o PCBS pode ter apresentado menor dureza que o PCB por não ter uma quantidade significativa de silicato de cálcio hidratado. Para 28 e 56 dias, o valor de dureza do PCBS ficou maior que do PCB, o que pode estar relacionado ao aumento da produção de silicato de cálcio hidratado.

Segundo Kim et al. (2012), a microdureza de um material não é uma medida de uma única propriedade. É influenciada substancialmente através de outras propriedades fundamentais do material, como força de rendimento, resistência à tração, módulos de elasticidade e estabilidade de estrutura cristalina.

A menor dureza para os cimentos PCB e PCBS não era desejada. Para que ocorra a utilização do cimento Portland como um material alternativo ao MTA, é necessário que ele apresente propriedades físicas superiores ou iguais às do MTA.

5.11 Dilatação

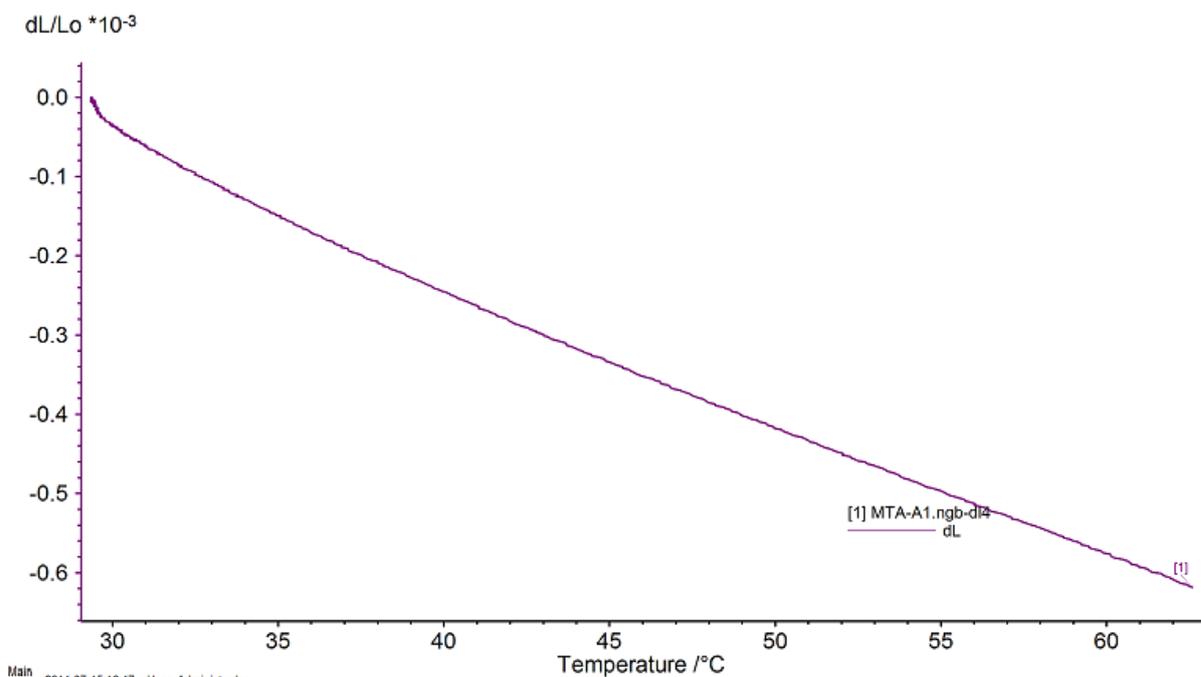
Os três cimentos apresentaram contração durante a realização do ensaio com os corpos de prova de 3h e de 168h. Esse comportamento não é desejável para materiais utilizados na endodontia, pois a contração está relacionada com a taxa de microinfiltração e a maior chance de penetração de bactérias.

De acordo com Torabinejad (1995) *apud* Minotti (2011), o material retrobturador deve endurecer tão logo seja inserido na retrocavidade sem apresentar contração significativa. É desejável que o material apresente estabilidade dimensional após a sua inserção evitando, assim a microinfiltração.

Quando o cimento Portland é misturado com a água, forma uma estrutura especial de microporos e canais capilares, onde parte da água de hidratação do cimento fica armazenada. À medida que a proporção de água aumenta na mistura, a porosidade aumenta. Uma mistura de cimento Portland é higroscópico, a água é o conteúdo chave para propriedades deste material. Parte da água na mistura irá ser consumida pelas reações químicas envolvidas no processo de hidratação, enquanto a outra parte será presa nos poros e capilares e pode difundir-se e evaporar-se durante e após o mesmo processo de hidratação (MEHTA E MONTEIRO, 1994). A contração ocorrida nos cimentos (MTA, PCB e PCBS) pode estar associada com a evaporação da água contida nos poros. As figuras 30, 31 e 32 apresentam os gráficos do ensaio de dilatação para os corpos de prova com idade de 3h.

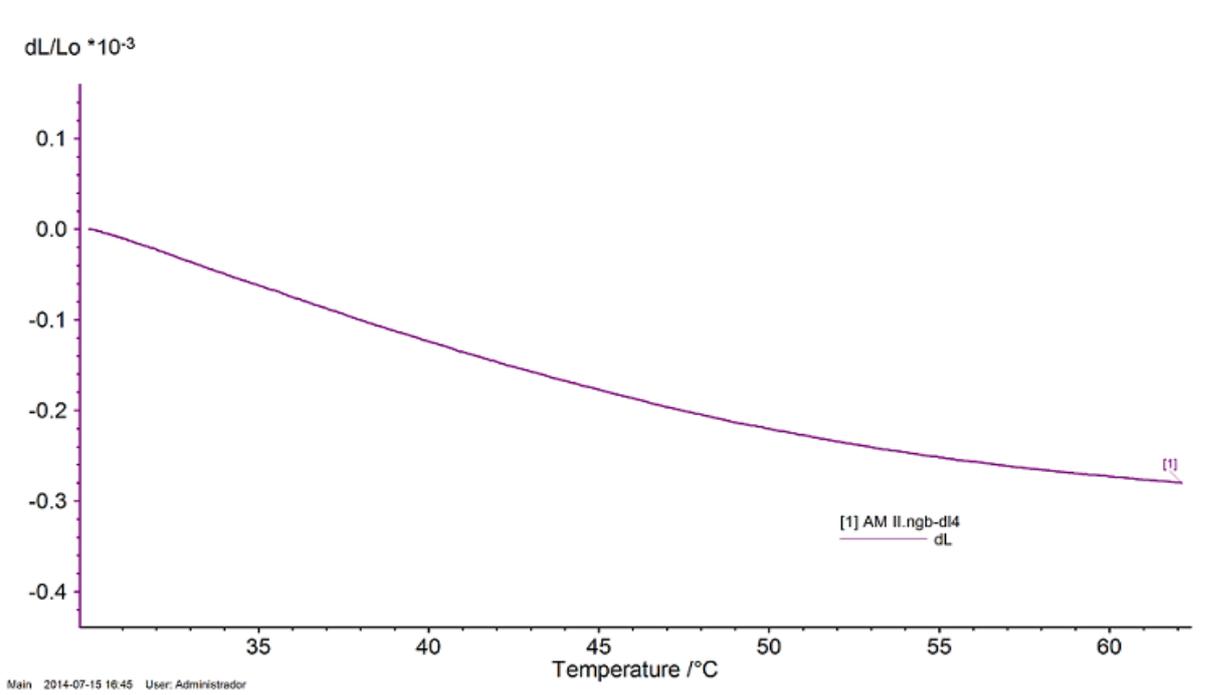
Para as amostras com a idade de 3h após a manipulação, o MTA que é o cimento mais fino e possui menor área superficial apresentou maior retração porque perdeu mais água livre que estava nos poros e entre as suas partículas. O cimento PCB apresentou menor retração, o que pode ser explicado pelo maior diâmetro médio dos grãos que podem ter diminuído a quantidade de água livre entre os grãos.

Figura 30 - Gráfico de dilatação/x/temperatura para o MTA após três horas de manipulação



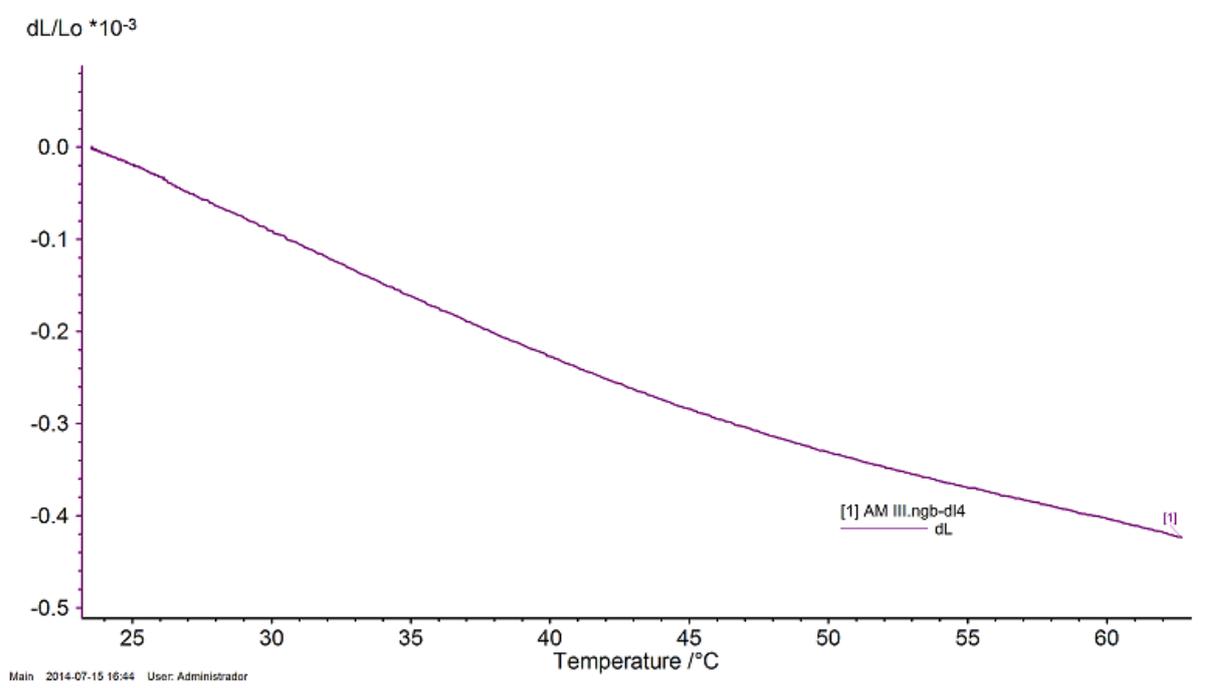
Fonte: Dados do autor

Figura 31 - Gráfico de dilatação/x/temperatura para o PCB após três horas de manipulação



Fonte: Dados do autor

Figura 32 - Gráfico de dilatação/x/temperatura para o PCBS após três horas de manipulação



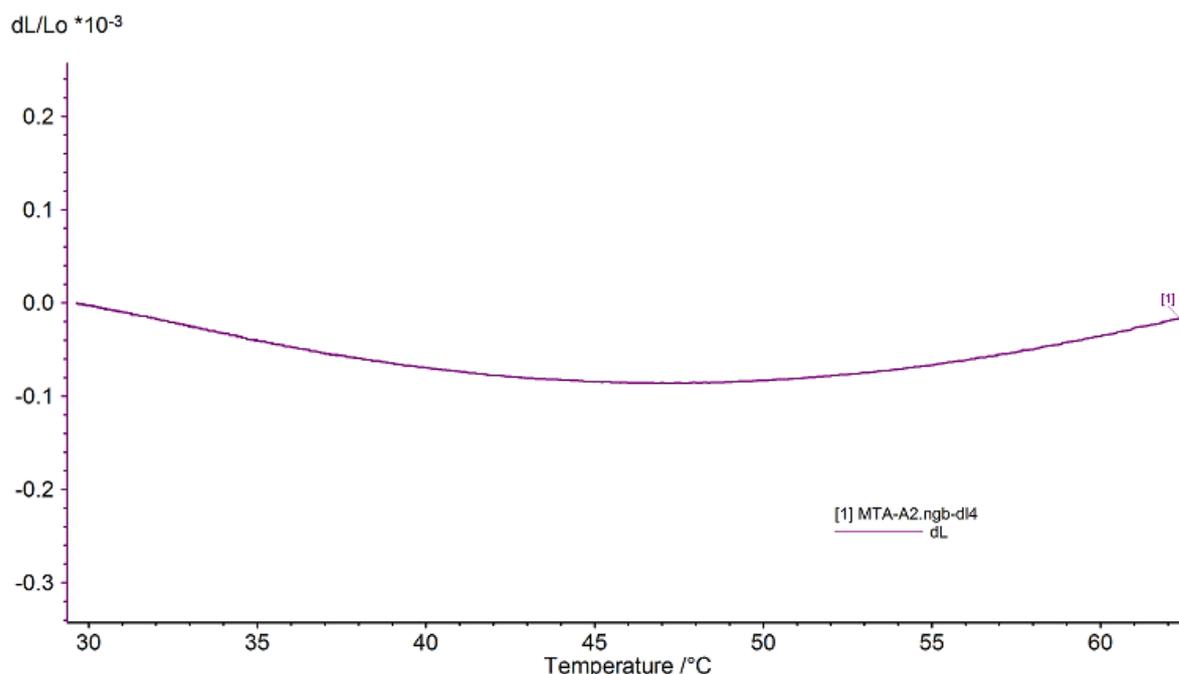
Fonte: Dados do autor

A contração para o MTA foi maior em relação ao cimento PCB e PCBS. Uma vez que, a contração nos cimentos está relacionada com a evaporação da água

presente nos poros, o cimento PCB, que apresenta tamanho médio de poro menor que o MTA e PCBS, apresentou a menor contração.

De acordo com Darvell e Wu (2011), o cimento Portland apresenta grande expansão em relação ao MTA. A expansão exacerbada não foi uma característica encontrada no ensaio de dilatação. As figuras 33, 34 e 35 ilustram as curvas de dilatação dos cimentos (MTA, PCB e PCBS) que apresentam pequenas expansões alternadas com as contrações ainda presentes nas amostras de 168h. Para os corpos de prova com idade de 7 dias, o MTA apresentou menor retração. Essa característica pode ser explicada pelo menor tamanho de grãos do MTA, já que a sua reatividade é maior. O cimento PCBS apresentou menor contração que o PCB. Isso pode ser explicado pela presença da sílica ativa que aumentou a formação de silicato de cálcio pela sua atividade pozolânica e a ocupação dos espaços vazios, efeito filler da sílica ativa nas primeiras idades dos cimentos.

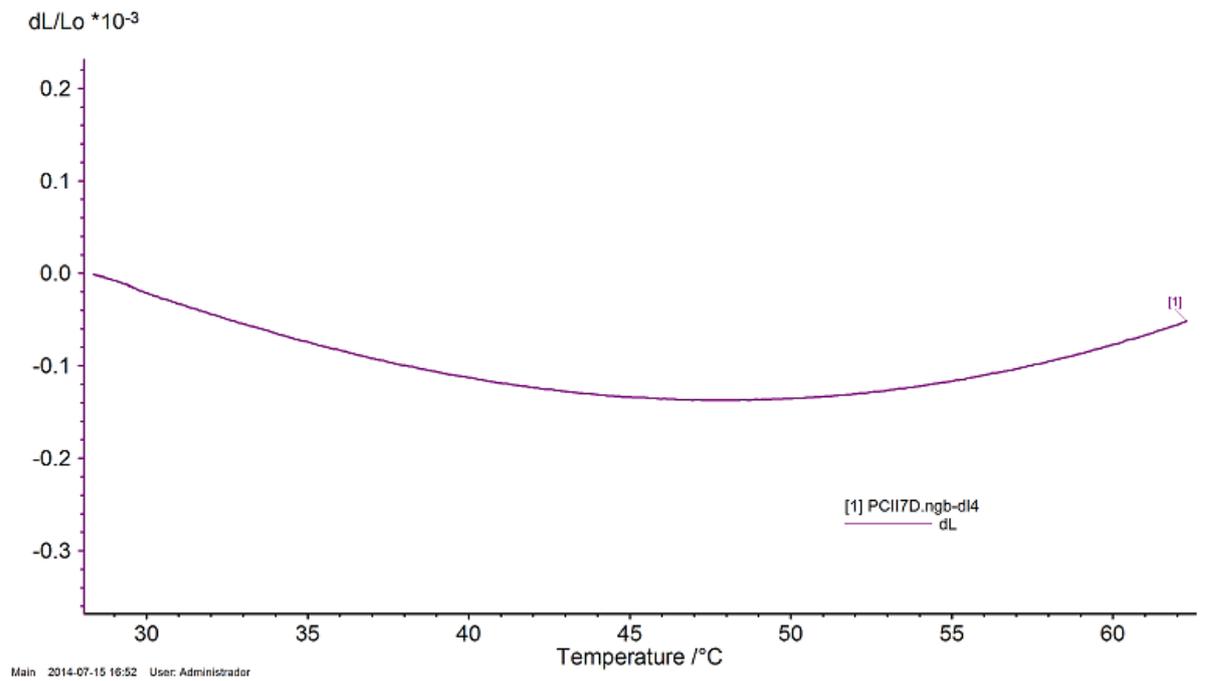
Figura 33 – Gráfico com a curva de dilatação/x/temperatura do MTA com 168h após a manipulação.



Main 2014-07-15 18:51 User: Administrador

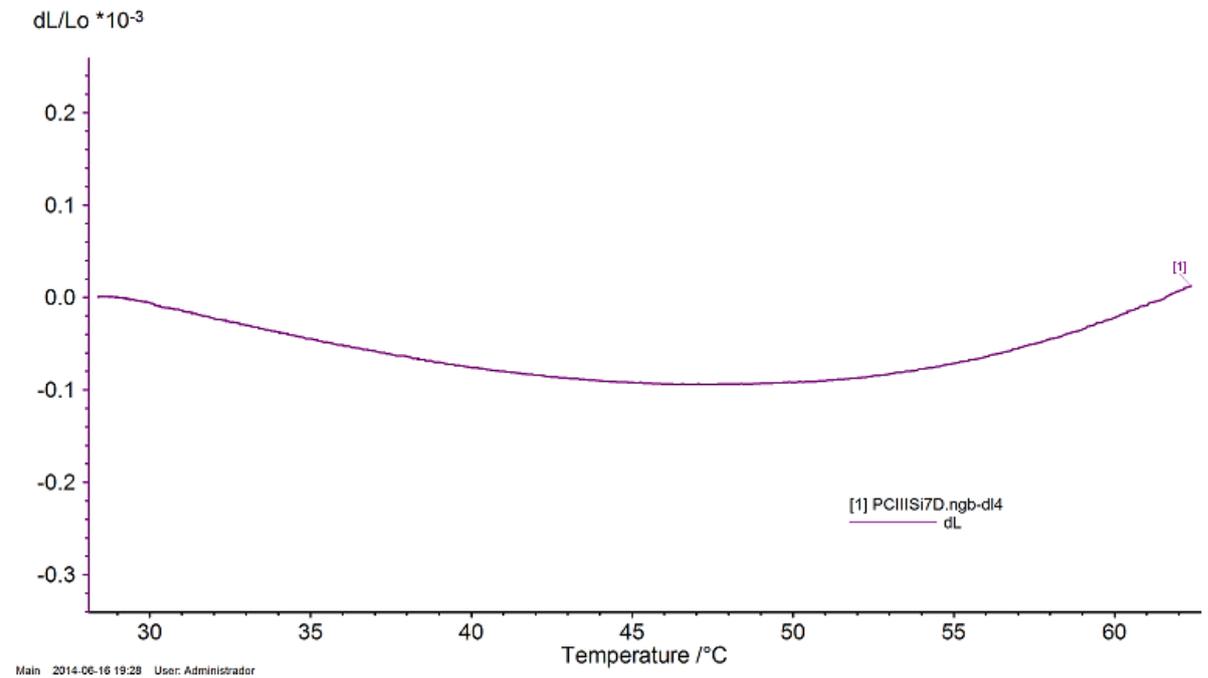
Fonte: Dados do autor

Figura 34 – Gráfico com a curva de dilatação/x/temperatura do PCB com 168h após a manipulação.



Fonte: Dados do autor

Figura 35 – Gráfico com a curva de dilatação/x/temperatura do PCBS com 168h após a manipulação.



Fonte: Dados do autor

6 Conclusões

O cimento Portland branco modificado e o MTA são semelhantes, mas não são materiais iguais. Através do conhecimento da real semelhança entre os elementos químicos do MTA e do cimento Portland é possível conhecer o nível toxicológico do cimento.

O MTA é um material que apresenta menor granulometria em relação ao cimento Portland branco estrutural. Aproximar o tamanho das partícula do cimento Portland branco com o tamanho das partículas do MTA seria uma maneira possibilitar o seu uso na Odontologia, já que a granulometria interfere na biofuncionalidade e resistência mecânica do cimento. A granulometria afeta as seguintes propriedades dos cimentos: velocidade de hidratação ou tempo de presa, resistência e calor de hidratação. Cimentos com maior finura apresentam menor tempo de presa, maior resistência mecânica e maior calor de hidratação.

O silicato tricálcico, que participa na produção de calor de hidratação, interfere no endurecimento e é o principal componente responsável pela resistência em todas as idades, pode estar em proporção diferente, em relação ao cimento Portland, na constituição do MTA. O MTA pode apresentar maior quantidade de silicato tricálcico do que o cimento Portland.

A adição de sílica ativa em 10% proporcionou benefícios para o cimento Portland, uma vez que o cimento com adição de sílica ativa apresentou menor tempo de presa, maior calor de hidratação, um pequeno aumento na dureza do material e menor contração. Assim, adições de sílica ativa no cimento Portland são viáveis, já que melhoram as propriedades do cimento sem afetarem a interação do material com o hospedeiro.

Apesar do MTA e do cimento Portland apresentam a mesma faixa de pH e caráter antimicrobiano similares, a produção industrial do cimento Portland, para utilização direta na construção civil, parece não ter condições salubres suficientes para a aplicabilidade clínica do material, pois os locais de produção podem estar susceptíveis a contaminação.

Diferenças nas composições químicas entre os cimentos Portland e o tamanho de partícula devem ser padronizados, já que esses fatores podem interferir na biocompatibilidade do material, tornando-o menos biocompatível.

7 Relevância dos resultados

Dada a possibilidade de se usar o cimento Portland na Odontologia como alternativa de menor custo que o MTA, a realização de estudos que possibilitem a melhoria na composição e nas características do cimento Portland é imprescindível para sua aplicação clínica.

Por essa perspectiva, conforme apresentado na pesquisa, a adição de 10% de sílica ativa influenciou de maneira positiva a distribuição granulométrica; o calor de hidratação; o tempo de presa; a dilatação e a microdureza final. Sendo assim, os resultados contribuíram como fonte de informação para adições no cimento Portland com o objetivo de melhorar a sua biofuncionalidade.

Embora a semelhança do MTA com o cimento Portland seja notável, esse estudo demonstrou a necessidade da diminuição dos tamanhos de partículas do cimento Portland para possibilitar a sua utilização na Odontologia, pois o cimento Portland com maior finura poderia apresentar propriedades físicas e biológicas mais similares às do MTA.

8 Sugestões para trabalhos futuros

Alterar a composição do cimento Portland branco, buscando aumentar o teor de silicato tricálcico e aluminato tricálcico. Avaliar a viabilidade.

Diminuir a quantidade de gesso presente no cimento Portland branco com intuito de diminuir o tempo de presa do material.

Fabricar cimento Portland branco com menor finura e maior controle da produção para evitar as contaminações (avaliar viabilidade).

Acrescentar nano-sílica no cimento Portland branco e avaliar as propriedades, resposta celular e a compatibilidade do bismuto com a nano-sílica e com o cimento Portland.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABDULLAH, D.; FORD, T. R.; PAPAIOANNOU, S.; NICHOLSON, J.; F. McDonald. An evaluation of accelerated Portland cement as a restorative material. **Biomaterials**, v.23, n.19, p.401-410, out 2002.

ASGARY, Saeed; EGHBAL, Mohammad Jafar; PARIROKH, Masoud; GHODDUSI Jamileh; KHEIRIEH, Sanam; BRINK, Frank. Comparison of Mineral Trioxide Aggregate's composition with Portland cements and a new endodontic cement. **Journal of Endodontics**, Tehran, v.35, n.2, p.243-250. fev. 2009.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE CIMENTO PORTLAND. Guia básico de utilização do cimento Portland. 7 ed. São Paulo, 2002. Disponível em: <<http://www.abcp.org.br>>. Acesso em: 10 jan. 2014.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. (ABNT). **NBR 11581**: Cimento Portland – Determinação dos tempos de pega. Rio de Janeiro, 1991.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. (ABNT). **NBR 12006**: Cimento – Determinação do calor de hidratação pelo método da garrafa de Langavant. Rio de Janeiro, 1990.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. (ABNT). **NBR 12989**: Cimento Portland branco. Rio de Janeiro, 1993.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. (ABNT). **NBR 15895**: Determinação do teor de hidróxido de cálcio fixado – método Chapelle modificado. Rio de Janeiro, 2010.

BELARDINELLI, Beatriz; LEMOS, Érico de Mello; SHIMABUKO, Danilo Minor. Avaliação in vitro da infiltração marginal em perfurações de furca utilizando-se Agregado Trióxido Mineral e resina composta. **Revista de Odontologia da Universidade Cidade de São Paulo**, São Paulo, v.19, n.3, p.250-256, set/dez. 2007.

BORGES, A.H. **Estudo das propriedades físico-químicas dos cimentos Portland e MTA**. 2008.137f. Tese (Doutorado) – Odontologia, Universidade de Ribeirão Preto, Ribeirão Preto, 2008.

BRITO-JÚNIOR, Manoel; FERREIRA, Atília; OLIVEIRA, Gabriel Lima; XAVIER, Larissa Rodrigues; XAVIER, Luis Antônio; GUERRA, Patrícia Nunes de Souza; FARIA-E-SILVA, André Luis. Evidências clínicas da técnica de apicificação utilizando barreira apical com agregado trióxido mineral – uma revisão crítica. **Revista da Faculdade de Odontologia – UPF**, Passo Fundo, v.16, n.1, p.54-58, jan./abr. 2011.

BUENO, Carlos Eduardo da Silveira; ZEFERINO, Eduardo Gregatto; MANHÃES, Luiz Roberto Coutinho JR.; ROCHA, Daniel Guimarães Pedro CUNHA, Rodrigo Sanches; MARTIN, Alexandre Sigrist. Study of the bismuth oxide concentration required to provide Portland cement with adequate radiopacity for endodontic use.

Oral surgery, oral medicine, oral pathology, oral radiology and endodontics, St. Louis, v.107, n.1, p.65-69, jan. 2009.

CAMILLERI, Josette. Characterization and chemical activity of Portland cement and two experimental cements with potential for use in dentistry. **International Endodontic Journal** Oxford, v.41, n.9, p.791-799. set. 2008.

_____. Characterization and hydration kinetics of tricalcium silicate cement for use as a dental biomaterial. **Dental Materials**, v.27, n.8, p.836-844, ago. 2011.

_____. Evaluation of the Effect of Intrinsic Material Properties and Ambient Conditions on the Dimensional Stability of White Mineral Trioxide Aggregate and Portland Cement. **Journal of Endodontics**, Philadelphia, v.37, n.2, p.239-245, fev. 2011.

_____. The physical properties of accelerated Portland cement for endodontic use. **International Endodontic Journal**, Oxford, v.41, n.2, p.151-157, fev. 2008.

CAMILLERI, Josette; CUTAJAR, A.; MALLIA, B. Hydration characteristics of zirconium oxide replaced Portland cement for use as root-end filling material. **Dental Materials**, v.27, n.8, p.845-854. ago. 2011.

CAMILLERI, Josette; CUTAJAR, A.; MALLIA, B.; ABELA, S. Replacement of radiopacifier in mineral trioxide aggregate; characterization and determination of physical properties. **Dental Materials**, v.27, n.8, p.879–891, ago. 2011.

CÁNOVAS, Manuel Fernández. **Patologia e Terapia do Concreto Armado**. São Paulo: PINI, 1988. 522p.

CHANG, Seok-Woo; BAEK, Seung-Ho; YANG, Hyeong-Cheol; SEO, Deog-Gyu; HONG, Sung-Tae; HAN, Seung-Hyun; LEE, Yoon; GU, Yu; KWON, Ho-Bum; LEE, Woocheol; BAE, Kwang-Shik; KUM, Kee-Yeon. Heavy Metal Analysis of Ortho MTA and ProRoot MTA. **Journal of Endodontics**, Philadelphia, v.37, n.12, p.1673-1676, dez. 2011.

CHEDELLA, S. C. V.; BERZINS, D. W. A differential scanning calorimetry study of the setting reaction of MTA. **International Endodontic Journal**, Oxford, v.43, n.6, p.509–518, jun. 2010.

DAMMASCHKE, T; GERTH, H.U; ZÜCHNER, H; SCHAFFER, E. Chemical and physical surface and bulk material characterization of white ProRoot MTA and two Portland cement. **Dental Mater.** 2005; v.21, n.8, p.731-738.

DARVELL, B. W.; WU, R. C. T.; “MTA”—An Hydraulic Silicate Cement: Review update and setting reaction. **Dental Materials**, v.27, n.5, p.407-422, mai. 2011.

DEUS, Quintiliano Diniz de. **Endodontia**. 3.ed, Rio de Janeiro: MEDSI, 1982. 376p.

DOTTO, Sidney Ricardo; TRAVASSOS, Rosana Maria Coelho; SANTOS, Roberto; SANTOS, Kátia Simone Alves; MELO, Waleska Roberta de Almeida. Tratamento

endodôntico em dente permanente com necrose pulpar e ápice incompleto – relato de caso. **Revista de Endodontia Pesquisa e Ensino on line – UFSM**, Santa Maria, jan./jun. 2006. Disponível em: <<http://ufsm.br/endodontiaonline>>. Acesso em: 29 maio 2013.

DUARTE, Marco Antonio Hungaro; DEMARCHI, Ana Claudia Cardoso de Oliveira; YAMASHITA, José Carlos; KUGA, Milton Carlos; FRAGA, Sylvio de Campos. Arsenic release provided by MTA and Portland cement. **Oral surgery, oral medicine, oral pathology, oral radiology and endodontics**, St. Louis, v.99, n.5, p.648-650, mai. 2005.

DUDA, João Gilberto; LOSSO, Estela Maris. O uso do Agregado de Trióxido Mineral (MTA) em Odontopediatria. **Arquivos em Odontologia**, Belo Horizonte, v.41, n.1, p. 93-104, jan./mar. 2005.

ESTIMA, Daéllia Carolina Clemente; MELO, Marcia Maria Dantas Cabral de; VASCONCELOS, Márcia Maria Vendiciano Barbosa; COUTO, Geraldo Bosco Lindoso; MACIEL, Anne Caroline Furtunato Queiroga; BOTELHO, Kátia Virgínia Guerra. Avaliação Clínica e Radiográfica do emprego do Mineral Trióxido Agregado (MTA) em dentes decíduos pulpotomizados. **Odontologia Clínico-Científica**, Recife, v.8, n.2, p.157-162, abr./jun. 2009.

FIGUEIREDO, Jose Antonio Poli de; BOTTESELLE, Bianca Vaccari; RITTER, Débora Diniz; COGO, Deborah Meirelles; PARLOW, Ingrid Fernanda; MILESKI, Joanna Sangali; DREHMER, Tânia Maria; BARBISAN, Aluí Oliveira. Avaliação da radiopacidade do cimento Portland comparado ao cimento MTA. **Robrac**, Porto Alegre, v.17, n.43, p.39-45, 2008.

FIGUEIREDO, José Antônio Poli de; LEITES, Antônio César; DEMARCO, Flávio Fernando; BASSO, Ana Paula; PIVA, Evandro. Radiopacidade do cimento Portland modificado em comparação com o MTA. **Revista Odonto Ciência – PUCRS**, Porto Alegre, v.23, n.2, p.145-149, 2008.

FREDERICO, Patrícia Gonçalves; LANZA, Célia Regina Moreira; ARANHA, Andreza Maria Fábio; HEBLING, Josimeri; COSTA, Carlos Alberto. Análise da citotoxicidade do agregado de trióxido mineral (MTA-Branco) em cultura de odontoblastos. Influência dos tempos de presa e do armazenamento do material em meio líquido. **Revista de Odontologia da UNESP**, Araraquara, v.35, n.4, p.319-326, 2. sem. 2006.

GOEL, Munish; BALA, Shikha; SACHDEVA, Gurmeet; VERMA, Shweta. Comparative Evaluation Of MTA, Calcium Hydroxide And Portland Cement As A Root End Filling Materials: A Comprehensive Review. **Indian Journal of Dental Sciences**, Sunder Nagar, v.3, n.5, p.83-88, dez. 2011.

GANDOLFI, Maria Giovanna; IACONO, Francesco; AGEE, Kelli; SIBONI, Francesco; TAY, Franklin; PASHLEY, David Herbert; PRATI, Carlo. Setting time and expansion in different soaking media of experimental accelerated calcium-silicate cements and ProRoot MTA. **Oral surgery, oral medicine, oral pathology, oral radiology and endodontics**, St. Louis, v.108, n.6, p.39-45, dez. 2009.

GARCIA, Angela; MACHADO, Manoel Eduardo de Lima; BRITTO, Maria Leticia Borges; NABESHIMA, Cleber Keiti; MASSARO, Helder. Comparação qualitativa da constituição do cimento de Portland e MTA-Angelus através de difração de raios X. **Journal of the Health Sciences Institute**, v.29, n.2, p.89-91, 2011.

GOMES-FILHO, João Eduardo; FARIA, Max Dougals; BERNABÉ, Pedro Felício Estrada; NERY, Mauro Juvenal; OTOBONI-FILHO, José Arlindo; DEZAN-JÚNIOR, Eloi; COSTA, Mariana Machado Teixeira de Moraes; CANNON, Mark. Mineral Trioxide Aggregate but not light-cure Mineral Trioxide Aggregate Stimulated Mineralization. **Journal of Endodontics**, Philadelphia, v.34, n.1, p.62-65, jan. 2008

GOMES-FILHO, João Eduardo; WATANABE, Simone; BERNABÉ, Pedro Felício Estrada; COSTA, Mariana Teixeira de Moraes. A Mineral Trioxide Aggregate Sealer Stimulated Mineralization. **Journal of Endodontics**, Philadelphia, v.35, n.2, p.256-260, fev. 2009.

HOFFMANN, A.T. **Influência da adição de sílica ativa, relação água/aglomerante, temperatura e tempo de cura no coeficiente de difusão de cloretos em concretos**. 2001. 143f. Dissertação (Mestrado) – Engenharia Civil, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2001.

HWANG, Yun-Chan; KIM, Do-Hee; HWANG, In-Nam; SONG, Sun-Ju; PARK, Yeong-Joon; KOH, Jeong-Tae; SON, Ho-Hyun; OH, Won-Mann. Chemical constitution, physical properties, and biocompatibility of experimentally manufactured Portland cement. **Journal of Endodontics**, Philadelphia, v.37, n.1, p.58-62, jan. 2011.

INTERNATIONAL STANDARD. **ISO 9917-1** – Cimentos à base de água – Parte 1: pó/líquido cimentos ácido-base – 2003.

INTERNATIONAL STANDARD. **ISO 6876** – Dentistry – Root canal sealing materials: Médecine bucco-dentaire – Matériaux de scellement des canaux radiculaires – 2012.

ISLAM, Intekhab; CHNG, Hui Kheng; YAP, Adrian U. Jin. Comparison of the Physical and Mechanical Properties of MTA and Portland Cement. **Journal of Endodontics**, Philadelphia, v.32, n.3, p.193-197, mar. 2006.

JI, Dian-Yu; WU, Hong-Da; HSIEH, Sung-Chih; TENG, Nai-Chia; CHEN, Chien-Chung; KE, En-Sheng; LIN, Yu-Chen; LEE, Sheng-Yang; YANG, Jen-Chang. Effects of a novel hydration accelerant on the biological and mechanical properties of white Mineral Trioxide Aggregate. **Journal of Endodontics**, Philadelphia, v.37, n.6, p.851-855, jun. 2011.

KIM, Yuran; KIM, Sinyoung; SHIN, Yoo Seok; JUNG, Il-Young; LEE, Seung Jong. Failure of Setting of Mineral Trioxide Aggregate in the Presence of Fetal Bovine Serum and Its Prevention. **Journal of Endodontics**, Philadelphia, v.38, n.4, p.536-540, abr. 2012.

KIRCHHEIM, Ana Paula. **Concreto de cimento Portland branco estrutural: avaliação da carbonatação e absorção capilar**. 2003. 168p. Dissertação

(Mestrado) – Engenharia Civil, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2003.

KOGAN, Paul; HE, Jianing; GLICKMAN, Gerald N.; WATANABE, Ikuya. The effect of various additives on setting properties of MTA. **Journal of Endodontics**, Philadelphia, v.32, n.6, p.569-572, jun. 2006.

LEE, Bin-Na; HWANG, Yun-Chan; JANG, Ji-Hyum; Chang, Hoon-Sang; HWANG, In-Nam; YANG, So-Young; PARK, Yeong-Joon; SON, Ho-Hyun; OH, Won-Mann. Improvement of the Properties of Mineral Trioxide Aggregate by Mixing with hydration accelerators. **Journal of Endodontics**, Philadelphia, v.37, n.10, p.1433-1436, out. 2011.

MAROTO, M.; BARBERÍA, E.; PLANELLS, P.; VERA, V. Treatment of a non-vital immature incisor with a mineral trioxide aggregate (MTA). **Dental Traumatology**. v.19, n.3, p.165-169, jun. 2003.

MEHTA, P. Kumar; MONTEIRO, Paulo J. M. **Concreto: Estrutura, Propriedades e Materiais**. São Paulo: PINI, 1994. 573p.

MINOTTI, Paloma Gagliardi. **Avaliação microscópica da reação tecidual em subcutâneo de rato frente a cimentos Portland contendo diferentes concentrações de arsênico**. 2011. 156f. Dissertação (Mestrado) – Endodontia. Universidade de São Paulo, Bauru, 2011.

MORALES, Vanessa; TANOMARU-FILHO, Mário; REIS, José Maurício Santos Nunes; GUERREIRO-TANOMARU, Juliane Maria. Resistência mecânica do cimento Portland associados a diferentes radiopacificadores. **Revista de Odontologia da UNESP**, Araraquara, v.38, p.6-9, out. 2009.

MORAVIA, W. G. **Avaliação da influência da microestrutura de concretos leves produzidos com argila expandida na sua durabilidade**. 2006. 121f. Tese (Doutorado) – Engenharia Metalúrgica e de Minas, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2006.

MOTTA JR., A.G.; FIDEL, R.A.S.; ALMEIDA, S.L.; DIAS, A.J.N. Caracterização física e química de um cimento endodôntico visando inferir suas propriedades clínicas. 7 COLAOB, 2012.

NASCIMENTO, E. R. A.; SILVA, L. M. **Mineral trioxide aggregate – MTA: o que se sabe sobre esse novo cimento para endodontia?**. 2000. 72f. Monografia (Especialização) – Faculdade de Odontologia, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2000.

NASCIMENTO, F. M. **Estudo da argila proveniente do município de Cordisburgo – MG para a fabricação de cimento Portland pozolânico e avaliação de suas propriedades**. 2013. 76f. Dissertação (Mestrado) – Engenharia de Materiais, Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2013.

NEVILLE, Adam Matthew. **Propriedades do concreto**. 2. ed. São Paulo: PINI, 1997. 828p. (Tradução da 4. ed. em inglês).

NF P 18-513 - Pozzolanic Addition For Concrete Metakaolin - Definitions, Specifications And Conformity Criteria. 2010.

OLIVEIRA, Hélio Martins. Cimento Portland In: BAUER, Luiz Alfredo Falcão. **Materiais de construção 1**. 5. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2003. cap. 3, p. 35-62.

PARIROKH, Masoud; TORABINEJAD, Mahmoud. Mineral Trioxide Aggregate: A Comprehensive Literature Review-Part I: Chemical, Physical, and Antibacterial Properties. **Journal of Endodontics**, Philadelphia, v.36, n.1, p.16-27, jan. 2010.

_____. Mineral Trioxide Aggregate: A Comprehensive Literature Review-Part III: Clinical Applications, Drawbacks, and Mechanism of Action. **Journal of Endodontics**, Philadelphia, v.36, n.3, p.400-413, mar. 2010.

REIS, D. C. N. S. P. **Importância do estudo da área superficial específica e porosidade do estearato de magnésio para o setor farmacêutico**. 71f. Monografia (Especialização) – Instituto de Tecnologia em Fármacos, Fundação Oswaldo Cruz, Rio de Janeiro, 2013.

SAGHIRI, Mohammad Ali; LOTFI, Mehrdad; JOUPARI, Morteza Daliri; AEINEHCHI, Mohammad; SAGHIRI, Ali Mohammad. Effects of Storage Temperature on Surface Hardness, Microstructure, and Phase Formation of White Mineral Trioxide Aggregate. **Journal of Endodontics**, Philadelphia, v.36, n.8, p.1414-1418, ago. 2010.

SANTOS, Alailson D.; ARAÚJO, Eudes B.; YUKIMITU, Keizo; BARBOSA, José C.; MORAES, João C. S. Setting time and thermal expansion of two endodontic cements. **Oral surgery, oral medicine, oral pathology, oral radiology and endodontics**, St. Louis, v.106, n.3, p.77-79. abr. 2008.

SHAHI, Shahriar; RAHIMI, Saeed; YAVARI, Hamid Reza; MOKHTARI, Hadi; ROSHANGAR, Leila; ABASI, Mehran Mesgary; SATTARI, Sahar; ABDOLRAHIMI, Majid. Effect of Mineral Trioxide Aggregates and Portland cements on inflammatory cells. **Journal of Endodontics**, Philadelphia, v.36, n.5, p.899-903, mai. 2010.

SILVA, Renato Menezes da. **Avaliação microscópica da resposta do complexo dentino-pulpar de dentes de cães ao Agregado de Trióxido Mineral, Cimento Portland e Cimento Portland Branco após pulpotomia**. 2003. 108f. Dissertação (Mestrado) – Endodontia, Universidade de São Paulo, Bauru, 2003.

SILVA NETO, Ulisses Xavier da; MORAES, Ivaldo Gomes de. Capacidade seladora proporcionada por alguns materiais quando utilizados em perfurações na região de furca de molares humanos extraídos. **Journal of Applied Oral Science**, Bauru, v.11, n.1, p.27-33, jan./mar. 2003.

SILVEIRA JUNIOR, Sidon Bento da; TOGNOLI, Antonio Luis. O Agregado Trióxido Mineral como material indutor de dentina. **Revista Odontológica do Planalto Central**, Brasília, v.2, n.1, p.22-26, jan./jun., 2011.

STOCK, Christopher J.R; GULABIVALA, Kishor; WALKER, Richard T; GOODMAN, Jane R. **Atlas Colorido e Texto de Endodontia**. 2.ed, Artes Médicas, 1996. 370p.

STORM, Buffy EICHMILLER, Frederick C.; TORDIK, Patrícia A.; GOODELL, Gary G. Setting Expansion of Gray and White Mineral Trioxide Aggregate and Portland cement. **Journal of Endodontics**, Philadelphia, v.34, n.1, p.80-82, jan. 2008.

TAYLOR, H.F.W. **Cement chemistry**. 2.ed. New York: Thomas Telford, 1997. 470p.

TECNOSIL – site oficial. Disponível em: <<http://www.tecnosilbr.com.br/produtos/silica-ativa/>>. Acesso em: 22 abr. 2014.

VOSOUGHHOSSEINI, Sepideh; LOTFI, Mehrdad; SHAHI, Shahriar; BALOO, Hamid; MESHGARIABBASI, Mehran; SAGHIRI, Mohammad Ali; ZAND, Vahid; RAHIMI, Saeed; RANJKESH, Bahram. Influence of White versus Gray Mineral Trioxide Aggregate on Inflammatory Cells. **Journal of Endodontics**, Philadelphia, v.34, n.6, p.715-717, jun. 2008.

VOTORANTIM – Votorantim cimentos – site oficial. Disponível em: <<http://www.votorantim.com.br>>. Acesso em: 20 abr. 2012.

WUCHERPFENNING, A.L.; GREEN, D.B. Mineral Trioxide vs Portland cement: two biocompatible filling materials. **Journal of Endodontics**, Philadelphia, v.25, n.4, p.308, (Abstract PR40), abr. 1999.

ANEXOS