



**UNIVERSIDADE FEDERAL DO CEARÁ**  
**FACULDADE DE FARMÁCIA, ODONTOLOGIA E ENFERMAGEM**  
**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA**

**LUCIANA MARIA ARCANJO FROTA**

**AVALIAÇÃO DA INFLUÊNCIA DA AGITAÇÃO ULTRASSÔNICA NO  
TEMPO DE PRESA, ESTABILIDADE VOLUMÉTRICA E NA CAPACIDADE  
DE FORMAÇÃO DE APATITA DE TRÊS CIMENTOS REPARADORES  
ENDODÔNTICOS**

**FORTALEZA**

**2018**

LUCIANA MARIA ARCANJO FROTA

AVALIAÇÃO DA INFLUÊNCIA DA AGITAÇÃO ULTRASSÔNICA NO TEMPO  
DE PRESA, ESTABILIDADE VOLUMÉTRICA E NA CAPACIDADE DE  
FORMAÇÃO DE APATITA DE TRÊS CIMENTOS REPARADORES  
ENDODÔNTICOS

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-graduação em Odontologia da Faculdade de Farmácia, Odontologia e Enfermagem da Universidade Federal do Ceará, como requisito parcial para obtenção do Título de Mestre em Odontologia. Área de concentração: Clínica Odontológica.

Orientador: Prof. Dr. Bruno Carvalho de Vasconcelos.

FORTALEZA

2018

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação  
Universidade Federal do Ceará  
Biblioteca Universitária  
Gerada automaticamente pelo módulo Catalog, mediante os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

---

F961a Frota, Luciana Maria Arcanjo.  
Avaliação da influência da agitação ultrassônica no tempo de presa, estabilidade volumétrica e na capacidade de formação de apatita de três cimentos reparadores endodônticos / Luciana Maria Arcanjo Frota. – 2018.  
53 f. : il. color.

Dissertação (mestrado) – Universidade Federal do Ceará, Faculdade de Farmácia, Odontologia e Enfermagem, Programa de Pós-Graduação em Odontologia, Fortaleza, 2018.  
Orientação: Prof. Dr. Bruno Carvalho de Vasconcelos.

1. Endodontia. 2. Ultrassom. 3. Materiais dentários. 4. Cimento de silicato. I. Título.

CDD 617.6

---

Nada se constrói sozinho. A gratidão, uma das maiores virtudes da humanidade, nos faz crer que ajudar alguém e ser ajudado por uma ou outra pessoa é algo prazeroso, mas agradecer, reconhecer e ser grato por quem nos ajudou, é nobre e engrandecedor. Para chegar até aqui, muitos foram os que me apoiaram, e não poderia deixar de agradecê-los.

## AGRADECIMENTOS

Primeiramente, a **DEUS** e **NOSSA SENHORA**, fonte de toda sabedoria, de vida e luz. Dono do meu ser e da minha vida. O nosso alimento, nosso combustível que enriquece nossa fé e nos faz buscar forças, para superar todos os desafios, e ir sempre além, sem medo e sem hesitação. Aqui uma gratidão eterna por todas as bênçãos e graças alcançadas.

Aos meus pais, **LUCIANO FROTA** e **ZÉLIA ARCANJO**, por todo cuidado, amor, carinho e principalmente por abdicarem de seus próprios sonhos, desejos e vontades, para que eu pudesse trilhar o meu caminho acadêmico. Exemplos de simplicidade e humildade. Dispostos a enfrentarem quaisquer intempéries em favor dos três filhos, não medindo esforços para que cada um de nós chegasse onde sonhamos.

Em especial, à minha avó **MARIA ILNIR DIAS FROTA** (*in memoriam*), por quem tenho um amor incondicional. Obrigada por ter sido aquela avó-mãe, quem educava, que me ensinava as matérias do colégio e que me mimava demais. Foi através do seu cuidado, ternura, mansidão, doçura e carinho que aprendi sobre o real sentido e importância da vida, Deus e a família. Você sempre estará em meu coração e em minhas orações.

À minha irmã e colega de profissão, **MYRNA ARCANJO FROTA**, por toda paciência, aprendizagem e ensinamentos a mim repassados. Apoiadora em todos os quesitos, amante e entusiasta da Odontologia, a quem devo muito e ciente de que posso contar com sua proteção, acolhimento e amparo. Ao meu irmão, **DAVID ARCANJO FROTA**, por todo o amor e apoio, a quem tenho como exemplo de luta por seus ideais. Ao meu cunhado **ELTON BARROS**, por me acolher e me tratar como uma verdadeira irmã, pessoa querida que não mede esforços para me ajudar. Aos meus tios, primos e por todos das famílias Arcanjo e Frota, por estarem sempre ao meu lado em todas as escolhas que fiz e torcerem por minha felicidade.

A **LUCÍDIO GOMES**, meu Lu, por todo amor e companheirismo, meu grande incentivador e parceiro ao longo dos anos. Por todos os dias, noites, finais de

semana, carnavais, festas e todas as outras situações em que abdicamos (juntos) para nos debruçarmos sobre os livros em busca dos nossos objetivos. Pelo exemplo que me espelha de persistência, força e disciplina com que encara os estudos. Por toda resiliência que passamos e passaremos juntos.

Em especial ao meu orientador, Dr. **BRUNO CARVALHO DE VASCONCELOS**, essencial durante toda trajetória acadêmica. Responsável por protagonizar e proporcionar todo o conhecimento da Endodontia que adquiri e extraí ao longo desses sete anos, desde a graduação e especialização ao mestrado, quem tenho por referência. Por quem irei nutrir sempre uma admiração rebuscada e gratidão. Exemplo de extrema dedicação à vida acadêmica e paixão pela pesquisa endodôntica.

Ao amigo e dupla de pesquisa, **BERNARDO ALMEIDA AGUIAR**, com ativa participação, com ênfase sempre no bom resultado e na excelência da pesquisa. Com quem posso contar nas alegrias e angústias da vida acadêmica, obrigada por ser esse amigo tão precioso. Bem como ao amigo **FRANCISCO SAMUEL RODRIGUES CARVALHO**, cujo apoio fora primordial para o êxito e conclusão deste trabalho. A vocês, por sempre atenderem minhas não raras solicitações de ajuda, pelos encontros, reuniões, debates, discussões acadêmicas e por todo empenho que dispuseram no presente trabalho. A participação dessas pessoas realmente foi valiosa.

Aos professores da UFC Sobral, local onde concluí minha graduação e adquiri conhecimentos imprescindíveis para meu aprendizado e conhecimento. Em especial aos professores **BRUNO VASCONCELOS**, **BRUNO SOUSA** e **ALRIETA TEIXEIRA**, símbolos de dedicação, amor e devoção à profissão e ao ensino. Às minhas amigas inseparáveis de turma, **LARYCE NEVES**, **ALICE RAMOS**, **LAÍS FROTA** e **TAMARA SOUZA**, pessoas pelas quais tenho muita admiração, carinho e por quem sempre irei torcer.

Aos Professores da Especialização, **GEORGE CANDEIRO** e **SÉRGIO MENEZES**. Personagens importantes durante minha qualificação profissional, por despertarem em mim o amor, a paciência e a excelência pela Endodontia. Obrigada pela confiança depositada e por todos os ensinamentos.

Aos colegas pós-graduandos, **BRUNO GUIMARÃES** e **MURILO PRIORI ALCALDE** e aos professores, Dr. **MARCO ANTÔNIO HUNGARO DUARTE** e Dr. **RODRIGO RICCI VIVAN**, da Faculdade de Odontologia de Bauru, por me acolherem tão bem e me ajudarem de forma ativa neste trabalho, sempre solícitos a esclarecerem todas as dúvidas e questionamentos. Experiências incríveis que marcaram esse período, e com toda a satisfação imensurável de tê-los como referências em meus trabalhos e de poder usufruir de tanto conhecimento.

Aos professores do Programa de Pós-graduação em Odontologia da Universidade Federal do Ceará (PPGO/UFC), de forma especial ao Dr. **VICTOR PINHEIRO FEITOSA**, que de forma relevante contribuiu durante a qualificação do presente trabalho.

Aos amigos do PPGO/UFC, **STHEFANE FEITOSA**, **DIANA CUNHA**, **MADIANA MAGALHÃES**, **TALITA ARRAIS**, **JULIANNE COELHO**, **ADEILSON ALVES** que contribuíram nessa caminhada. Em especial ao **MARCELO SIDOU**, **PAULO GOBERLÂNDIO**, **LÍVIA PARENTE** e **AMANDA LEY**, bem como ao servidor **DAVID QUEIROZ DE FREITAS**, pela disponibilidade e por sempre estarem dispostos a ajudar.

Aos colegas de mestrado de forma geral. Aos funcionários da Universidade Federal do Ceará e a todos que direta ou indiretamente contribuem para o ensino e pesquisa em todo nosso país.

## RESUMO

Avaliou-se a influência da agitação ultrassônica nas propriedades físico-químicas de tempo de presa, estabilidade volumétrica e capacidade de formação de apatita em fluido corporal simulado de três cimentos reparadores endodônticos: MTA-Angelus Branco (MTA), MTA Repair HP (MTAHP) e Biodentine (BIO). Os cimentos foram divididos em seis grupos experimentais em função do material e do emprego ou não da agitação ultrassônica (AUS). O ensaio de tempo de presa (min) foi realizado conforme descrito pela norma ISO 6876/2012. A estabilidade volumétrica ( $\text{mm}^3$ ) foi analisada por meio de microtomografias, comparando-se o volume de cavidades retrógradas preenchidas com os cimentos, submetidos ou não a AUS, antes e após um período de 7 dias de imersão em água. As análises morfológicas e químicas da superfície dos materiais foram realizadas utilizando espectroscopia de raios X por dispersão em energia (EDX) após 28 dias de imersão em solução salina balanceada de Hank (HBSS). Observou-se que a AUS influenciou de maneira distinta os tempos de presa dos materiais, retardando a presa inicial do MTA (40,8/64,6) e acelerando a do BIO (35,6/22,4); a presa final do MTAHP (154,4/114,6) e do BIO (64,4/42,4) também foram aceleradas ( $p < 0,05$ ). No que se refere à estabilidade, observou-se redução volumétrica em todos os grupos, sendo MTA/AUS o mais estável volumetricamente (0,98%); a AUS não influenciou a estabilidade volumétrica ( $p > 0,05$ ). Todos os cimentos apresentaram proporção Ca/P favoráveis em sua superfície após 28 dias em HBSS; a AUS fragmentou e distribuiu as partículas de forma mais homogênea. Pode-se concluir que a agitação ultrassônica influenciou de maneira diferente os tempos de presa dos materiais, que os cimentos se mostraram estáveis volumetricamente, enquadrando-se nos padrões desejados e que todos foram capazes de formar depósitos de fosfato de cálcio em sua superfície, todavia, o emprego da AUS aumentou a reatividade dos materiais.

**Palavras-chave:** Endodontia, ultrassom, materiais dentários, cimento de silicato.

## ABSTRACT

This study investigated the influence of ultrasonic agitation (UA) on the curing time, volumetric stability, and capacity of hydroxyapatite formation of three endodontic cements: White MTA-Angelus (MTA), MTA Repair HP (MTAHP), and Biotine (BIO). Six experimental groups were evaluated, being them divided according to the material to be tested and to the use or not of UA. The curing time assay was performed according to the ISO 6876/2012. The volumetric stability ( $\text{mm}^3$ ) was analyzed through microtomography by comparing the volume of the retrograde cavities filled with the cements submitted or not to UA. This analysis was made before and after a seven-day period during which the specimens remained immersed into water. The morphological and chemical analyses of the surface of the materials tested were made using energy dispersion X-ray stereoscopy (EDX) after 28 days of immersion in Hank's balanced salt solution (HBSS). The results show that the ultrasonic agitation influenced differently the curing time of the different cements tested. The initial setting time of the MTA was increased (40.8/64.6), while for the BIO, it was decreased (35.6/22.4). The final setting time of the BIO (64.4/42.4) and MTAHP (154.4/114.6) was decreased ( $P < .05$ ). All the groups exhibited volumetric reduction, and the volumetric stability was not affected by the ultrasonic agitation ( $P > .05$ ). All the cements tested presented favorable Ca/P proportion on their surface after 28 days of immersion in HBSS. The ultrasonic agitation fragmented and dispersed homogeneously the particles. Given the exposed, it can be concluded that the ultrasonic agitation differently influenced the materials tested. Also, all the cements remained volumetrically stable during the experiment and presented the capacity to form calcium and phosphate deposits on their surfaces, which was intensified by the ultrasonic agitation.

Keywords: Endodontics, ultrasound, dental materials, silicate cement.

## LISTA DE ABREVIATURAS

AAE	<i>American Association of Endodontists</i> (Associação Americana de Endodontistas)
ADA	<i>American Dental Association</i> (Associação Americana de Odontologia)
AUS	Agitação Ultrassônica
BIO	Biodentine
Ca <sup>+</sup>	Íons cálcio
CAPES	Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior
DDS	<i>Doctor of Dental Surgery</i> (Doutor em Cirurgia Dentária)
EDX	Espectroscopia de raios X por dispersão em energia
g	Gramas
ISO	<i>International Organization for Standardization</i> (Organização Internacional de Padronização)
ISSN	<i>International Standard Serial Number</i> (Número Internacional Normalizado para Publicações Seriadas)
HBSS	<i>Hank's balanced salt solution</i> (Solução Salina Balanceada de Hank)
mA	Miliampere
MEV	Microscópio eletrônico de varredura
mm	Milímetro
mL	Mililitro
MSc	Mestrado
MTA	<i>Mineral trioxide aggregate</i> (Agregado trióxido mineral)
MTAHP	MTA Repair HP
PBS	Solução tampão fosfato-salino
PhD	<i>Philosophiae Doctor</i> (Doutor em Filosofia)
PUI	<i>Passive Ultrasonic Irrigation</i> (Irrigação Ultrassônica Passiva)
SCR	Sistema de canais radiculares
UFC	Universidade Federal do Ceará
USP	Universidade de São Paulo
kV	Kilovolts
µm	Micrômetro
°C	Grau Celsius

## SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO GERAL .....	11
2. OBJETIVOS.....	16
2.1 Objetivo geral .....	16
2.2 Objetivos específicos.....	16
3. HIPÓTESE .....	17
3.1 Hipótese nula.....	17
3.2 Hipótese alternativa.....	17
4. CAPÍTULO .....	18
4.1 Capítulo 1 .....	18
5. CONCLUSÃO GERAL .....	41
6. REFERÊNCIAS (INTRODUÇÃO GERAL).....	42
APÊNDICE .....	47

## 1. INTRODUÇÃO GERAL

O insucesso do tratamento endodôntico geralmente está associado com a persistência de microrganismos no Sistema de Canais Radiculares (SCR) e região perirradicular após o tratamento. Frente à essa situação, em determinados casos, a melhor indicação pode ser a realização de uma cirurgia pararendodôntica; dentre suas modalidades destaca-se a apicectomia com obturação retrógrada (LOPES; SIQUEIRA, 2015).

A procura por um material ideal para obturação e retro-obturação dos canais radiculares vem motivando diversos pesquisadores, desde o início da Odontologia. Dentre esses materiais, os cimentos, mais especificamente sua composição, têm recebido grande atenção uma vez que podem influenciar de maneira direta sua biocompatibilidade com os tecidos apicais e periapicais (MARION, 2008). Mais recentemente, com o advento das técnicas de revascularização que se apropriaram dos materiais retro-obturadores, para confecção de seus tampões cervicais, instituiu-se mais uma indicação para este tipo de material (AAE, 2015).

O agregado trióxido mineral, ou MTA, foi introduzido na Odontologia em 1993, sendo indicado como selador definitivo de comunicações entre a cavidade pulpar e o periodonto (TORABINEJAD *et al.*, 1993). Vem sendo apontado como o material reparador de escolha, por apresentar excelentes propriedades físico-químicas e biológicas, formando hidróxido de cálcio, quando hidratado, e promovendo a liberação de íons  $\text{Ca}^{2+}$  e  $\text{OH}^-$  que estão envolvidos na regulação de várias funções celulares e antimicrobianas (HOLLAND *et al.*, 1999; TADA *et al.*, 2010; MATSUMOTO *et al.*, 2013). Dentre suas propriedades, destacam-se a alta capacidade seladora (LEE *et al.*, 1993, TORABINEJAD *et al.*, 1993), a alcalinidade (DUARTE *et al.*, 2003; VASCONCELOS *et al.*, 2009; CAVENAGO *et al.*, 2014), a alta radiopacidade (TORABINEJAD *et al.*, 1995) e a capacidade de indução de deposição de tecido mineralizado sobre sua superfície (HOLLAND *et al.*, 2001).

Todavia, apesar de suas boas propriedades físico-químicas e biológicas, o MTA ainda apresenta alguns inconvenientes como o longo tempo de presa, a dificuldade de inserção e o alto custo. O longo tempo de presa pode aumentar o risco de solubilização, desagregação, deslocamento e elevar, proporcionalmente, o tempo de exposição aos fluidos teciduais antes do endurecimento, característica apontada como a principal deficiência do MTA (ABDULLAH *et al.*, 2002; DEAL *et al.*, 2002). Diante desses inconvenientes, a busca por materiais que reúnam propriedades físico-químicas e

biológicas semelhantes às do MTA, porém sem as desvantagens apresentadas, levou ao desenvolvimento de novos materiais.

Em 1999, o mistério sobre a composição do MTA foi desvendado, Wucherpfening; Green publicaram um resumo onde associavam diversas propriedades físico-químicas do MTA às do cimento Portland; não obstante, também, a composição. Com esse conhecimento e o entendimento de que é em função da dissociação dos íons cálcio e hidroxila que os materiais alcançam sua capacidade de indução de reparo com deposição de tecido mineralizado, algumas novas estratégias vêm sendo desenvolvidas no intuito de produzir um material que reúna as boas características do cimento à base de MTA, todavia, com melhores propriedades de manipulação e inserção, principalmente.

O Biodentine (Septodont, Saint Maur dês Fosse's, Cedex, França) caracteriza-se como um material bioativo à base de silicato tricálcico ( $\text{Ca}_3\text{SiO}_5$ ), um dos principais constituintes do MTA. Segundo o fabricante, o produto é um “substituto bioativo de dentina”, apresentando as mesmas indicações clínicas do MTA (SEPTODONT, 2017). Apresenta rápido tempo de presa, boa radiopacidade, resistência ao deslocamento superior à do MTA (GUNESER; AKBULUT; ELDENIZ, 2013), citotoxicidade semelhante (ZOU *et al.*, 2008), estabilidade de cor, alta estabilidade dimensional e excelente selamento (SEPTODONT, 2017).

Outra opção recentemente introduzida no mercado foi o MTA Repair HP, lançado pela empresa Angelus Indústria de Produtos Odontológicos S/A, em 2016. Segundo o fabricante, este novo cimento reparador à base de MTA apresenta alterações em sua composição com perspectivas de apresentar características de manipulação e inserção superiores. Dentre as mudanças em sua composição, destaca-se a incorporação de óxido de cálcio e substituição do radiopacificador no pó; ainda, a adição de um plastificante no líquido. Em função de sua recente introdução, poucos estudos com o material encontram-se disponíveis na literatura, todavia, estes têm demonstrado resultados promissores quanto à resistência ao deslocamento, citotoxicidade, biocompatibilidade, biomineralização e viabilidade celular (SILVA *et al.*, 2016; CINTRA *et al.*, 2017; TOMÁS-CATALÁ *et al.*, 2017; TOMÁS-CATALÁ *et al.*, 2018).

Concomitante ao desenvolvimento e evolução dos materiais reparadores endodônticos, a busca por novos protocolos de emprego de substâncias e/ou técnicas no intuito de favorecer a obtenção de melhores resultados ao tratamento é uma preocupação constante, diante disto, o ultrassom, que foi introduzido na endodontia por Richman, em

1957, tendo sido amplamente sugerido. Seu uso foi mais difundido na remoção de cálculos da câmara pulpar e como auxiliar na localização de canais calcificados ou, ainda, para aumentar a ação das soluções irrigadoras com a Irrigação Ultrassônica Passiva e ativação de pastas de hidróxido de cálcio (DUARTE *et al.*, 2012; JUSTO *et al.*, 2014; GUERREIRO-TANOMARU *et al.*, 2015).

Fora da Odontologia, o ultrassom também é utilizado no processo de adensamento de concreto e de cimentos na indústria da construção civil com excelentes resultados. Baseados nestas observações, o ultrassom foi introduzido na manipulação dos cimentos dentais. Em 2001, Towler *et al.*, realizando de testes de nanoedentação e *creep*, evidenciaram que a excitação ultrassônica dos cimentos de ionômero de vidro convencionais era capaz de acelerar a reação de presa, além de melhorar suas propriedades mecânicas.

Vários estudos têm sugerido que a vibração promovida pelo ultrassom pode diminuir o número de bolhas de ar incluídas na massa de materiais manipulados manualmente (TOWLER *et al.*, 2001; KLEVERLAAN *et al.*, 2004). Neste sentido, a avaliação do emprego da agitação ultrassônica na adaptação de cimentos resinosos às paredes dentinárias, durante a obturação do SCR, tem sido descrita na literatura. Sua ação proporcionaria uma maior penetração dos cimentos nos túbulos dentinários e a redução das áreas de fenda ao longo da circunferência dos canais (GUIMARÃES *et al.*, 2014). Anteriormente, Hoen; Labounty; Keller, em 1988, já haviam demonstrado que a energização ultrassônica era capaz de favorecer a adaptação dos materiais obturadores às paredes dos canais radiculares. No mesmo sentido, em 2009, Whitterspoon; Ham demonstraram a obtenção de melhor selamento com MTA, quando do emprego da agitação ultrassônica.

Grande parte da atenção dada pela comunidade científica ao MTA deriva de suas boas propriedades, principalmente biológicas. Estas, notadamente, são proporcionadas pela liberação de íons cálcio e hidroxila, advindos da dissociação iônica do hidróxido de cálcio, que se desprendem do material durante sua reação de presa e pela solubilização do mesmo, quando em contato com os tecidos e/ou fluidos. Essa dissociação iônica é de grande relevância uma vez que proporciona um pH alcalino e participa de diversas funções celulares, como o aumento da expressão de marcadores ósseos e migração e diferenciação celular (SEUX *et al.*, 1991; HOLLAND *et al.*, 1999; TADA *et al.*, 2010). Porém, um equilíbrio entre a liberação desses íons e a solubilidade deve ser garantido para manter a integridade do MTA (CAVENAGO *et al.*, 2014).

A propriedade físico-química da solubilidade se correlaciona diretamente a essa capacidade de liberação de íons uma vez que, por estar relacionada com a dissociação dos mesmos a partir da massa dos materiais endodônticos, podem impedir ou incrementar esta liberação. No caso dos materiais reparadores, esses achados ganham ainda mais relevância, em função de estarem diretamente em contato com os tecidos e seus fluidos após os procedimentos cirúrgicos, sendo utilizados como seladores apicais de canais apicectomizados ou como materiais de tampões cervicais em revascularizações pulpares (CAVENAGO *et al.*, 2014, TORABINEJAD *et al.*, 2018).

Para avaliar a solubilidade dos materiais, diferentes metodologias podem ser empregadas. As normas ISO 4049/2009, ISO 6876/2012 e a especificação nº 57/2000 da ANSI/ADA são normas bastante empregadas em estudos da solubilidade dos cimentos endodônticos. Tais normas estão baseadas na confecção de amostras que devem ser imersas em água, sendo a diferença entre a massa inicial e final após imersão considerada a solubilidade dos cimentos (%). Essas normas estabelecem que os cimentos não devem apresentar uma solubilidade, ou seja, perda de peso superior a 3%. Todavia, no caso de materiais hidrofílicos, como o MTA, o cimento pode absorver água, obtendo uma massa final maior que a inicial, além da probabilidade das partículas de material serem separadas do cimento durante o armazenamento (PARIROKH; TORABINEJAD, 2010). Em 2014, Cavenago *et al.* propuseram a utilização da microtomografia computadorizada (micro-CT) para análise da perda volumétrica e, assim, calcular a solubilidade do material.

A micro-CT de alta resolução é uma técnica reprodutível, não invasiva, não destrutiva e que não exige preparação das amostras submetidas à análise. As imagens obtidas podem ser representadas em 2D e 3D, e seus cortes recriados em qualquer plano. Ainda, estas imagens podem ser analisadas qualitativamente e quantitativamente, permitindo avaliar formas tridimensionais, volumes, etc. (IKRAM *et al.*, 2009; VIERPELISSER *et al.*, 2010).

Outro aspecto de grande relevância é indução de bioatividade na superfície dos materiais reparadores, ou seja, a capacidade de um material precipitar fosfato de cálcio, precursor da apatita, em sua superfície se ligando ao osso (KOKUBO; TAKADAMA, 2006; GANDOLFI *et al.*, 2010). Essa propriedade é resultante da interação do hidróxido de cálcio produzido na reação de hidratação do silicato tricálcico (CAMILLERI, 2010; CAMILLERI, 2015) com o fosfato presente nos fluidos teciduais, estimulando o processo

de reparo e induzindo a mineralização (TORABINEJAD *et al.*, 1995; HOLLAND *et al.*, 2001).

Em função do desenvolvimento de novos materiais reparadores e com a possibilidade de interações positivas com uso da agitação ultrassônica, levanta-se a necessidade de uma melhor avaliação quanto as possíveis alterações ocorridas em nível físico-químico, traçando paralelos com sua aplicação clínica.

## **2. OBJETIVOS**

### **2.1 Objetivo geral**

Avaliar a influência da agitação ultrassônica sobre propriedades físico-químicas dos materiais reparadores endodônticos MTA-Angelus Branco (MTA; Angelus Indústria de Produtos Odontológicos S/A, Londrina, PR, Brasil), MTA Repair HP (MTAHP) e Biodentine (BIO).

### **2.2 Objetivos específicos**

- Avaliar a influência da agitação ultrassônica no tempo de presa dos cimentos reparadores MTA, MTAHP e BIO, testados de acordo com a norma ISO 6876/2012;
- Analisar, por meio de microtomografia computadorizada, a influência da agitação ultrassônica na estabilidade volumétrica dos materiais reparadores MTA, MTAHP e BIO;
- Avaliar a capacidade de formação de apatita sobre os materiais reparadores MTA, MTAHP e BIO, além de verificar a ação da agitação ultrassônica sobre esta formação.

### **3. HIPÓTESE**

#### **3.1 Hipótese nula**

Ter-se-á como hipótese nula a inexistência de diferenças significantes no tempo de presa, na estabilidade volumétrica e na capacidade de formação de apatita em sua superfície dos materiais reparadores MTA-Angelus Branco, MTA Repair HP e Biodentine, em função do emprego da agitação ultrassônica.

## 4. CAPÍTULO

Esta dissertação está baseada no Artigo 46 do Regimento Interno do Programa de Pós-Graduação da Universidade Federal do Ceará que regulamenta o formato alternativo para trabalhos de conclusão de Mestrado e Doutorado (Dissertações e Teses) e permite a inserção de artigo científico de autoria ou coautoria do candidato.

Desta forma, a presente dissertação é composta por um artigo científico redigido de acordo com as normas estabelecidas pela revista científica escolhida.

### 4.1 Capítulo 1

“Avaliação da influência da agitação ultrassônica no tempo de presa, estabilidade volumétrica e na capacidade de formação de apatita de três cimentos reparadores endodônticos” com título sugerido em Inglês “Evaluation of the influence of ultrasonic agitation in setting time, volumetric change and apatite-forming ability of three endodontic root repair materials”.

Este artigo seguiu as normas de publicação do periódico - *Journal of Endodontics* (ISSN 0099-2399).

## Página de Título

**Avaliação da influência da agitação ultrassônica no tempo de presa, estabilidade volumétrica e na capacidade de formação de apatita de três cimentos reparadores endodônticos.**

Luciana Maria Arcanjo Frota DDS<sup>1</sup>, Bernardo Almeida Aguiar DDS, MSc<sup>1</sup>, Rodrigo Ricci Vivian DDS, MSc, PhD<sup>2</sup>; Josette Camilleri DDS, MSc, PhD<sup>3</sup>; Bruno Carvalho de Vasconcelos DDS, MSc, PhD<sup>1,4</sup>

<sup>1</sup> Programa de Pós-graduação em Odontologia, Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, CE, Brasil.

<sup>2</sup> Faculdade de Odontologia de Bauru, Universidade de São Paulo, Bauru, SP, Brasil.

<sup>3</sup> Faculdade de Odontologia da Universidade de Birmingham, Birmingham, Reino Unido.

<sup>4</sup> Curso de Odontologia de Sobral, Universidade Federal do Ceará, Campus Sobral, Sobral, CE, Brasil.

**Palavras-chave:** Endodontia, ultrassom, materiais dentários, cimento de silicato.

**Título reduzido:** Biocerâmicos e a agitação ultrassônica.

### **Autor de correspondência:**

Bruno Carvalho de Vasconcelos, DDS, MSc, PhD  
Sobral Dental School, Federal University of Ceará, *Campus Sobral*  
CEP: 62010-590, Sobral, CE, Brazil  
Email: bcv@ufc.br

### **Agradecimentos:**

Os autores negam quaisquer conflitos de interesse relacionados a este estudo.

## RESUMO

Avaliou-se a influência da agitação ultrassônica (AUS) no tempo de presa, estabilidade volumétrica e capacidade de formação de apatita de três cimentos reparadores endodônticos: MTA-Angelus Branco (MTA), MTA Repair HP (MTAHP) e Biodentine (BIO). O tempo de presa (min.) foi determinado conforme a norma ISO 6876/2012, a estabilidade volumétrica ( $\text{mm}^3$ ) foi analisada por meio de microtomografias, comparando-se o volume de cavidades retrógradas preenchidas com cimentos, submetidos ou não a AUS, antes e após um período de 7 dias de imersão em água. Já as análises morfológicas e químicas da superfície dos materiais foram realizadas por meio de EDX após 28 dias em solução salina balanceada de Hank (HBSS). Para todos os testes foram instituídos 6 grupos experimentais em função do material/tratamento. Observou-se que a AUS influenciou distintamente os tempos de presa dos materiais, retardando a presa inicial do MTA (40,8/64,6) e acelerando a do BIO (35,6/22,4); a presa final do MTAHP (154,4/114,6) e do BIO (64,4/42,4) também foram aceleradas ( $p < 0,05$ ). No que se refere à estabilidade, observou-se redução volumétrica em todos os grupos, sendo MTA/AUS o mais estável volumetricamente (0,98%); a AUS não influenciou a estabilidade ( $p > 0,05$ ). Todos os grupos apresentaram proporção Ca/P favoráveis; a AUS fragmentou e distribuiu as partículas de forma mais homogênea. Pode-se concluir que a AUS influenciou os tempos de presa dos materiais; que os cimentos se mostraram estáveis volumetricamente, enquadrando-se nos padrões desejados e que todos foram capazes de formar depósitos de fosfato de cálcio em sua superfície, tendo o emprego da AUS aumentado a reatividade dos materiais.

**Palavras-chave:** Endodontia, ultrassom, materiais dentários, cimento de silicato.

## INTRODUÇÃO

O agregado de trióxido mineral (MTA) é um biomaterial amplamente utilizado para procedimentos endodônticos de reparação (1). Composto majoritariamente por finas partículas hidrofílicas de silicato tricálcico e silicato dicálcico, ele apresenta excelentes propriedades físico-químicas e biológicas, destacando-se a alta capacidade seladora marginal e a biocompatibilidade, proporcionando notadamente a indução da produção de tecido mineralizado (2-4). Seu desempenho é principalmente atribuído à indução de bioatividade em sua superfície, resultante da interação do hidróxido de cálcio produzido na reação de hidratação dos silicatos (5,6) com o fosfato presente nos fluidos teciduais. Esta propriedade corresponde à capacidade de produzir precipitados de apatita na superfície do material quando entram em contato com fluidos fisiológicos contendo fosfato (7), estimulando o processo de reparo e induzindo a mineralização (8,9).

Apesar das boas propriedades, o MTA ainda apresenta alguns inconvenientes como o longo tempo de presa, a indução do escurecimento dentário e sua consistência (10-12), provocada pela mistura do pó com o líquido que formam um material seco, arenoso e difícil de ser inserido em cavidades (11). Na tentativa de superar esses inconvenientes novos materiais à base de silicato tricálcico ( $\text{Ca}_3\text{SiO}_5$ ) vêm sendo desenvolvidos.

O Biodentine (BIO; Septodont, Saint Maur des Fossés, Cedex, França) é um material bioativo, composto por um sistema de mistura pó e líquido. A maior proporção do pó é composta por silicato tricálcico, além de apresentar carbonato de cálcio, óxido de ferro e óxido de zircônia (radiopacificador). Seu líquido consiste em uma solução aquosa composta por um polímero hidrossolúvel com cloreto de cálcio (acelerador) (13). O material apresenta rápido tempo de presa, boa radiopacidade e resistência ao deslocamento (14), baixa citotoxicidade (15), estabilidade de cor (16), alta estabilidade dimensional e excelente selamento (17,18). Outro material lançado com essa perspectiva foi o MTA Repair HP (MTAHP; Angelus Indústria de Produtos Odontológicos S/A, Londrina, PR, Brasil). Trata-se de um cimento reparador à base de MTA que sofreu alterações em sua composição na busca de uma melhor manipulação, inserção e estabilidade de cor. O radiopacificador foi substituído pelo tungstato de cálcio e foi incorporado óxido de cálcio ao pó, no intuito de favorecer a hidratação; ainda, adicionou-se um plastificante ao líquido. Estudos recentes apontam resultados promissores quanto

à resistência ao deslocamento, citotoxicidade, biocompatibilidade, biomineralização e viabilidade celular (19-21).

Concomitante à evolução dos materiais reparadores, busca-se introduzir novos protocolos, no intuito de conferir melhores resultados ao tratamento. Diante disso, estudos recentes demonstraram a possibilidade de incluir a agitação ultrassônica (AUS) nos procedimentos de obturação do sistema de canais, proporcionando maior resistência de união, penetração intratubular e adaptação à dentina radicular (22,23). Antes mesmo da sugestão de emprego na obturação, buscou-se avaliar sua interação com materiais reparadores; observou-se um incremento no selamento marginal proporcionado pelo MTA (24).

Em função do exposto, o objetivo do presente estudo foi investigar a influência da agitação ultrassônica nas propriedades físico-químicas, nomeadamente no tempo de presa, na estabilidade volumétrica e na capacidade de formação de apatita em fluido corporal simulado dos materiais reparadores MTA-Angelus branco (Angelus, Londrina, PR, Brasil), MTA Repair HP e Biodentine. Ter-se-á como hipótese do estudo a inexistência de diferenças nas propriedades em função do emprego da agitação ultrassônica.

## **MATERIAIS E MÉTODOS**

### *Determinação do tempo de presa (inicial e final)*

O tempo de presa foi determinado com base da norma ISO 6876/2012 para confecção dos corpos de prova. Independente do grupo a que fariam parte, os cimentos foram manipulados, de acordo com as recomendações dos fabricantes, e inseridos em anéis de aço inoxidável com 10 mm de diâmetro interno e 2,0 mm de altura. Foram considerados seis grupos experimentais ( $n = 5$ ) em função dos materiais (MTA, MTAHP e BIO) e do emprego ou não da agitação ultrassônica (AUS).

Nos grupos submetidos à agitação ultrassônica (MTA/AUS, MTAHP/AUS e BIO/AUS), um inserto cônico liso (E5; Helse Ultrasonics, Santa Rosa do Viterbo, SP, Brasil), acoplado a um aparelho ultrassônico piezoelétrico (Piezon Master 200; EMS, Nyon, Geneva, Suíça) programado na potência 03 (aproximadamente 30%) foi introduzido no centro da massa do material e, em seguida, ativado. Foram realizados dois

ciclos de 20 segundos de agitação em sentidos distintos (cima-baixo, direita-esquerda) (22). Ao final da agitação, a superfície dos espécimes foi levemente planificada.

Posteriormente, os espécimes foram mantidos em estufa a 37 °C e umidade relativa de 95% ± 5% empregando uma agulha do tipo Gilmore de 113,4 g utilizada para determinar o tempo de presa inicial; já o tempo de presa final foi determinado com uma agulha de 453,6 g. Os tempos de presa foram aferidos depois de decorridos 180 segundos, desde o início da mistura, até que nenhuma endentação pudesse ser notada na superfície da amostra.

#### *Determinação da estabilidade volumétrica*

Iniciou-se o estudo pela realização do cálculo amostral por meio do software G\*Power v3.1 para Mac (Heinrich Heine, Universität Düsseldorf) selecionando o teste One Way ANOVA. Os dados de um estudo anterior foram considerados e o efeito do tamanho da amostra no presente estudo foi estabelecido (25). O tamanho do efeito no presente estudo foi estabelecido (= 1,36) e o erro do tipo alfa de 0,05 na potência beta de 0,80. Um total de 10 amostras foram indicadas como o tamanho ideal para observar diferenças significativas ( $n = 10$ ).

Para a realização desta análise, foram utilizados 60 dentes de acrílico (IM do Brasil, São Paulo, SP, Brasil), padronizados, que tiveram suas porções apicais seccionadas 3 mm coronariamente ao ápice radicular. Em seguida, cavidades retrógradas foram confeccionadas com broca esférica de aço #1/4 (Microdont, São Paulo, SP, Brasil) com 3 mm de profundidade. Depois de aleatoriamente divididos entre os 6 grupos experimentais ( $n = 10$ ), as cavidades foram preenchidas com cimentos recém-manipulados. Empregou-se um microaplicador de MTA (Angelus Indústria de Produtos Odontológicos S/A) e um condensador de tamanho compatível com a cavidade. Nos grupos nos quais a agitação foi utilizada, a mesma foi empregada em dois ciclos de 20 segundos conforme metodologia descrita para o teste de tempo de presa.

Os espécimes foram imediatamente escaneados em um microtomógrafo SkyScan 1174v2 (Bruker-microCT, Kontich, Bélgica), com parâmetros de exposição em 50 kV, 800 mA, 360 graus de rotação e uma resolução isotrópica de 19,6 µm. Após o escaneamento inicial, os espécimes foram imersos individualmente em frascos contendo 10 mL de água deionizada e armazenados a 37 °C por 7 dias. Decorrido o período de

imersão os dentes de acrílico foram removidos dos frascos, secos com papel absorvente e novamente escaneados utilizando os mesmos parâmetros de capturação. As imagens digitais foram reconstruídas no software NRecon v1.6.4.8 (Bruker-microCT), proporcionando cortes transversais e axiais; o software CTan v1.11.10.0 (Bruker-microCT) foi utilizado para as medições de volume inicial e final. A estabilidade volumétrica foi determinada em percentual, calculando a diferença entre o volume do material da retrocavidade antes e após o período de imersão (25).

#### *Determinação da capacidade de formação de apatita*

Para realização desta análise, seguindo metodologia de estudo prévio (7, 26, 27), foram confeccionados discos com os cimentos reparadores recém-manipulados em uma matriz de borracha (8,0 mm de diâmetro x 1,6 mm de espessura). Nos grupos nos quais a agitação ultrassônica foi empregada, empregou-se protocolo semelhante ao descrito anteriormente nas metodologias. Após o preparo, as amostras frescas foram analisadas, por meio de análise elementar por espectroscopia de raios X por dispersão em energia (EDX) integrado a microscópio eletrônico de varredura (MEV; Aspex Express Scanning Electron Microscope, Eindhoven, Holanda), imersas em 20 mL de solução salina balanceada de Hank (HBSS; Sigma Walkersville Inc, Walkersville, MD, EUA) e armazenados em estufa a 37 °C durante 28 dias; o HBSS era renovado a cada 7 dias. Os discos foram novamente analisados após 28 dias em condições úmidas sem qualquer preparação da amostra, sob baixo vácuo (100 Pa) e com 20 kV. Em função dos dados qualitativos e semiquantitativos fornecidos pelo EDX, realizou-se o cálculo da formação de apatita, obtido pelas proporções atômicas de cálcio e fósforo (Ca/P) presentes na superfície dos materiais. A formação de apatita/fosfato de cálcio é presumida quando a razão Ca/P exceder a razão de 1,67 (7, 26, 27).

#### **ANÁLISE ESTATÍSTICA**

Os dados obtidos nas avaliações quantitativas foram tabulados e testados quanto à sua normalidade pelo teste de Shapiro-Wilks, o qual apontou natureza paramétrica para os dados do tempo de presa e não paramétrica para os de estabilidade volumétrica. Desta forma, foram empregados os testes de ANOVA e Tukey, e de Kruskal-Wallis e Dunn, para as análises de tempo de presa e estabilidade volumétrica,

respectivamente, todos com nível de significância estabelecido em 5%. Adicionalmente, foi testada estatisticamente a influência da agitação ultrassônica nas propriedades avaliadas, tendo sido utilizado para tal o teste *t*-Student e de Mann-Whitney ( $p < 0,05$ ).

## RESULTADOS

### *Tempo de presa e estabilidade volumétrica*

A Tabela 1 apresenta os dados relativos ao tempo de presa aferido em minutos. Levando-se em consideração as observações do tempo de presa inicial, pode-se observar que a agitação ultrassônica influenciou de maneira distinta os materiais, tendo retardado de maneira significativa a presa do MTA (40,8 para 64,6) e acelerado a do BIO (35,6 para 22,4) ( $p < 0,05$ ). Quando observado o tempo de presa final, tanto o cimento MTAHP quanto o BIO tiveram sua presa acelerada, de 154,4 para 114,6 e de 64,4 para 42,4, respectivamente ( $p < 0,05$ ). Considerando os materiais quando submetidos ao mesmo parâmetro de agitação, não foram observadas diferenças significativas entre seus tempos de presa iniciais, quando não foi empregada a agitação ( $p > 0,05$ ); todavia, quando a mesma foi empregada, o MTA apresentou tempo de presa mais longo ( $p < 0,05$ ). Quando observados os dados relativos à presa final, o BIO ofereceu tempos de presa finais significativamente mais curtos que os demais materiais, com ou sem agitação ( $p < 0,05$ ).

Os dados relativos à estabilidade volumétrica encontram-se expressos na Tabela 2. Observou-se valores adequados de estabilidade volumétrica em todos os grupos ( $< 3\%$ ). Considerando os materiais expostos aos mesmos parâmetros, houve diferença estatística apenas entre os grupos MTA/AUS (0,98%) e MTAHP/AUS (1,68%) ( $p < 0,05$ ), o primeiro tendo apresentando maior estabilidade dentre todos os grupos avaliados. A Figura 1 apresenta imagens ilustrativas dos materiais antes e após o período de imersão.

### *Capacidade de formação de apatita*

Fotomicrografias eletrônicas de varredura e os resultados do EDX das amostras recém-preparadas e das amostras após 28 dias em HBSS com a composição elementar, qualitativa e semi-quantitativa dos grupos experimentais encontram-se apresentadas nas Figuras 2, 3 e 4.

O MTA recém-manipulado apresentou uma superfície irregular com grânulos evidentes e EDX de Ca (62,60% em peso), Si (15,60% em peso), Bi (3,50% em peso) e Al (7,10% em peso), semelhante ao MTA/AUS. Em ambas as amostras, observa-se partículas alongadas de bismuto intercaladas com partículas de cimento. Após 28 dias, o MTA apresentou P, Na e Cl advindos do HBSS. Sua superfície foi revestida com precipitados de forma irregular de Ca (56,30% em peso) e P (11,40% em peso), o Si diminuiu de intensidade e o Bi não foi detectável. A razão atômica de Ca/P foi de 3,81. No grupo MTA/AUS aos 28 dias, foram observados precipitados mais compactos e maior intensidade de Ca (58,70% em peso) e Si (6,70% em peso), e menor intensidade de P (9,40% em peso), quando comparado ao MTA sem agitação aos 28 dias. Não foram notadas diferenças em relação aos demais componentes; a razão atômica de Ca/P foi de 4,82.

O MTAHP recém-manipulado apresentou uma superfície uniforme, exibindo Ca (47,50% em peso), Si (24,50% em peso) e Al (8,00% em peso), ainda, exibiu W (10,80% em peso) proveniente do tungstato de cálcio, sendo similar ao MTAHP/AUS recém-manipulado. Com 28 dias, a superfície do MTAHP foi revestida com precipitados de Ca (55,60% em peso) e P (14,30% em peso), apresentando vestígios de Na (4,00% em peso) e Cl (8,60% em peso), provavelmente advindos do HBSS. O componente W (4,9% em peso) e Al (3,3% em peso) diminuíram de intensidade e a razão atômica de Ca/P foi de 3,00. No MTAHP/AUS após os 28 dias, os elementos P, Na e Cl estavam presentes em menor intensidade quando comparado ao MTAHP 28 dias. A superfície foi revestida com precipitados de Ca (59,60% em peso) e P (8,50% em peso). O componente W se manteve (9,3% em peso) e Al diminuiu de intensidade (3,3% em peso) em relação à amostra recém-manipulada. A razão atômica observada foi de 5,41.

BIO e BIO/AUS recém-manipulados mostraram superfície uniforme, exibindo Ca e Si a partir do silicato tricálcico, Cl do cloreto de cálcio aquoso e Zr do óxido de zircônio. Não havia presença de Al em qualquer das amostras analisadas. Com 28 dias de imersão, tanto no grupo BIO quanto no BIO/AUS nenhum Zr foi detectado. As amostras de BIO em HBSS apresentaram P (9,00% em peso), Na (2,10% em peso) e Cl (4,50% em peso). A superfície foi revestida por precipitados de Ca (68,20% em peso) e P (9,00% em peso). A razão atômica de Ca/P foi de 5,85. Já no grupo BIO/AUS, após os 28 dias de imersão, menor intensidade do elemento P (6,60% em peso) e valores similares de Na, Cl e Ca foram observados quando comparados ao BIO 28 dias, ainda,

maior valor de Si (9,00% em peso). A razão atômica de Ca/P foi de 7,84, a maior dentre todos os grupos analisados.

## DISCUSSÃO

Não há na literatura, até a presente data, estudos que avaliem as alterações proporcionadas pela agitação ultrassônica nas propriedades de tempo de presa e estabilidade volumétrica e na capacidade de formação de apatita dos materiais MTA-Angelus branco, MTA Repair HP e Biodentine. Considerando os resultados, a hipótese do estudo previamente levantada foi parcialmente rejeitada, uma vez que a agitação ultrassônica promoveu alterações nos tempos de presa dos materiais e promoveu aumento da proporção atômica Ca/P, considerado indicador de formação de apatita; no caso da estabilidade volumétrica, a mesma não produziu diferenças significantes.

De maneira geral, os resultados aqui encontrados corroboram estudos anteriores que determinaram o tempo de presa dos três materiais aqui avaliados, quando consideradas as condições normais de emprego, ou seja, sem agitação ultrassônica (28, 29). No presente estudo, observou-se que o emprego da agitação ultrassônica influenciou de maneira diversa o tempo de presa dos materiais, chegando a produzir diferenças significativas em algumas das observações. No caso dos materiais à base de MTA, a agitação proporcionou um retardo significativo do tempo de presa inicial do MTA-Angelus e não proporcionou diferenças no MTA Repair HP. Em relação ao tempo de presa final, observou-se uma relação inversa, sendo mantidos os parâmetros do MTA-Angelus e acelerado significativamente o endurecimento do MTA Repair HP. Os cimentos reparadores endodônticos são materiais hidráulicos, ou seja, precisam de água para iniciar sua reação de hidratação e para o processo de presa (5). Em função do exposto, acredita-se que a agitação ultrassônica interfira na cinemática da reação de presa dos materiais em função da transmissão de energia mecânica de vibração, que é despendida do inserto e propagada ao material, promovendo o choque de partículas e gerando calor. Desta forma, inicialmente esse fenômeno poderia ser responsável pela redução da água disponível para sua hidratação, acarretando em um retardo do tempo de presa inicial. Todavia, em função de sua melhor homogeneização (28), o material poderia, depois de vencido o desafio inicial, ter maiores condições de experimentar a formação dos silicatos hidratados, correspondentes à sua reação de presa (5).

Em relação ao Biodentine, este apresentou comportamento diferente, tendo a agitação ultrassônica acelerado seu tempo de presa inicial e final de maneira significativa. Esse material, diferente dos cimentos à base de MTA, apresenta unicamente o silicato tricálcico como base, sendo inevitavelmente mais puro. Essa pureza, associada à presença do cloreto de cálcio, reconhecidamente um acelerador de presa, pode justificar os resultados em função de uma melhor homogeneização da amostra fruto da vibração adicional da mistura, proporcionando uma aceleração na cinemática de presa do material. Possivelmente, o aquecimento gerado não foi capaz de reduzir a hidratação da massa do material a ponto de comprometer a oferta de água para a conversão do silicato tricálcico em silicato de cálcio hidratado. Além disso, o carbonato de cálcio presente em sua composição juntamente com aditivos em seu líquido faz do Biodentine um material com melhor reação de hidratação, menor tempo de presa e melhor consistência (13).

Considerando seu papel quando utilizado como material retro-obturador ou em tampões cervicais, não é aceitável que esses materiais apresentem perda de volume, uma vez que essa redução diminuiria sua capacidade de selamento, proporcionando condições favoráveis, para que ocorra microinfiltração de bactérias ou de fluidos, comprometendo o tratamento (4,30). A norma ISO 6876/2012 recomenda o estudo da solubilidade dos cimentos, sugerindo a confecção de corpos de prova e sua imersão em água, sendo a diferença das massas inicial e final após a imersão considerada a solubilidade (31). Essa metodologia sofreu críticas por levar a falsa impressão que os cimentos reparadores não sofrem dissolução, uma vez que, em função de sua característica hidrofílica, os mesmos apresentam ganho de massa e não redução (32). Neste sentido, o presente estudo utilizou dados volumétricos obtidos a partir de microtomografias, conforme sugerido por estudos anteriores que avaliaram esse tipo de material (25,27,28). Ainda, utilizaram-se amostras que simularam as condições clínicas do emprego dos materiais em cavidades retrógradas, nestas, todos os materiais testados reduziram seus volumes, todavia, todos se enquadraram nos parâmetros exigidos pelas normas ( $< 3\%$ ) (31). Possivelmente, tais achados podem ser explicados pelo tempo em que os espécimes permaneceram imersos, tempo suficiente para que pequenas diferenças produzidas, em função da agitação ultrassônica, possam ter sido compensadas.

Em relação à capacidade de formar depósitos de fosfato de cálcio em sua superfície após imersão em HBSS, todos os materiais demonstraram-se efetivos. Esses depósitos não são apenas considerados fator base, para biocompatibilidade dos materiais,

mas também desempenham um papel positivo na fixação celular, diferenciação de células-tronco e osteoblastos, e reparo tecidual acompanhado por formação de tecido mineralizado (33,34). Ao longo do tempo, sua deposição proporciona melhor selamento na interface entre dente e material (7).

As análises em MEV revelaram que a agitação ultrassônica estava associada a uma distribuição mais homogênea das partículas nas amostras, após os 28 dias de imersão, resultado este que corrobora com achados na literatura (28). Esta homogeneização pode estar relacionada à vibração provocada pela agitação ultrassônica, uma vez que está relacionada com a redução do tamanho das partículas ou fragmentação dos cristais de revestimento dos cimentos reparadores, aumentando a área de superfície disponível durante a reação de hidratação (28,35).

O cálculo das proporções atômicas do cálcio e fósforo (Ca/P) foi fornecido pelo EDX a partir dos valores de cálcio e fósforo atômicos presentes na superfície das amostras, sugerindo a formação de depósitos de fosfato de cálcio/apatita (26,27). Observou-se que, após 28 dias de imersão no HBSS, o pico de Ca aumentou no MTAHP, MTAHP/AUS, BIO e BIO/AUS, enquanto todos os outros picos elementares diminuíram. As razões Ca/P de todas as amostras submetidas à agitação ultrassônica foram maiores (valores absolutos) em comparação com as amostras sem agitação, indicando uma maior deposição na superfície dos cimentos, quando do emprego da agitação ultrassônica, possivelmente fruto da melhor mistura dos materiais e de maiores índices de liberação de íons por parte dos mesmos.

Diante da importância de proporcionar melhores propriedades físico-químicas aos cimentos reparadores por meio de novos protocolos, os achados do presente estudo sugerem que a agitação ultrassônica pode favorecer os resultados clínicos do uso dos materiais reparadores. O emprego da agitação ultrassônica pode diminuir o tempo de presa e melhorar a estabilidade volumétrica dos materiais, podendo garantir um endurecimento mais rápido do material e uma menor solubilização. Em relação à bioatividade, a agitação ultrassônica tornou as partículas do cimento mais homogêneas, favorecendo o aumento na formação de depósitos da apatita, sugerindo uma maior efetividade em sua ação biológica. Em função do exposto, os resultados encontrados sugerem que o emprego da agitação ultrassônica pode ser clinicamente indicado, todavia, novos estudos se fazem necessários no intuito de comprovar as alterações na cinemática da reação de presa dos materiais e sua efetividade *in vivo*.

## CONCLUSÃO

Em função do exposto, considerando as limitações do presente estudo, pode-se concluir que o Biodentine apresentou menor tempo de presa final, os quais foram ainda menores, quando do emprego da agitação ultrassônica. Que, de maneira oposta, os materiais à base de MTA tiveram seus tempos de presa aumentados. Ainda, os cimentos testados mostraram-se estáveis volumetricamente, não sendo influenciados pela agitação, e capazes de formar depósitos de fosfato de cálcio em sua superfície após imersão em HBSS.

## AGRADECIMENTOS

Os autores negam quaisquer conflitos de interesse relacionados a este estudo.

## REFERÊNCIAS

1. Camilleri J, Montesi FE, Brady K, Sweeney R, Curtis RV, Ford TR. The constitution of mineral trioxide aggregate. *Dent Mater* 2005;21:297–303.
2. Torabinejad M, Watson T.F., Pitt Ford T.R. Sealing ability of a mineral trioxide aggregate when used as a root end filling material. *J Endod* 1993;19:591-5.
3. Tanomaru M, Faleiros FB, Sacaki JN, et al. Evaluation of pH and calcium ion release of root-end filling materials containing calcium hydroxide or mineral trioxide aggregate. *J Endod* 2009;35:1418–21.
4. Marciano MA, Duarte MA, Camilleri J. Calcium silicate-based sealers: assessment of physicochemical properties, porosity and hydration. *Dent Mater* 2016;32:30–40.
5. Camilleri J. Characterization and hydration kinetics of tricalcium silicate cement for use as a dental biomaterial. *Dent Mater* 2011;27:836–44.
6. Camilleri J. Sealers and warm gutta-percha obturation techniques. *J Endod* 2015;41:72–8.
7. Gandolfi MG, Taddei P, Tinti A, Prati C. Apatite-forming ability (bioactivity) of Pro-Root MTA. *Int Endod J* 2010;43:917–29.

8. Holland R, Filho JA, de Souza V, et al. Mineral trioxide aggregate repair of lateral root perforations. *J Endod* 2001;27:281–4.
9. Accorinte Mde L, Holland R, Reis A, et al. Evaluation of mineral trioxide aggregate and calcium hydroxide cement as pulp-capping agents in human teeth. *J Endod* 2008;34:1–6.
10. Holland R, Mazuqueli L, de Souza V, et al. Influence of the type of vehicle and limit of obturation on apical and periapical tissue response in dog's teeth after root canal filling with mineral trioxide aggregate. *J Endod* 2007;33:693–7.
11. Duarte MA, Alves de Aguiar K, Zeferino MA, et al. Evaluation of the propylene glycol association on some physical and chemical properties of mineral trioxide aggregate. *Int Endod J* 2012;45:565–70.
12. Salem Milani A, Froughreyhani M, Charchi Aghdam S, et al. Mixing with propylene glycol enhances the bond strength of mineral trioxide aggregate to dentin. *J Endod* 2013;39:1452–5.
13. Camilleri J, Sorrentino F, Damidot D. Investigation of the hydration and bioactivity of radiopacified tricalcium silicate cement, Biodentine and MTA Angelus. *Dent Mater* 2013;29:580-93.
14. Guneser MB, Akabulit MB, Eldeniz AU. Effect of various endodonticirrigants on the push-out bond strength of Biodentine and conventional root perforation repair materials. *J Endod* 2013;39:380-4.
15. Zou L, Liu J, Yin S, Li W, Xie J. In vitro evaluation of the sealing ability of MTA used for the repair of furcation perforations with and without the use of an internal matrix. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod* 2008;105:61-5.
16. Marciano MA, Duarte MA, Camilleri J. Dental discoloration caused by bismuth oxide in MTA in the presence of sodium hypochlorite. *Clin Oral Investig* 2015;19:2201-9.
17. Butt N, Talwar S, Chaudhry S, Nawal RR, Yadav S, Bali A. Comparision of physical and mechanical properties of mineral trioxide aggregate and biodentine. *Indian J Dent Res* 2014;25:692-7.
18. SEPETODONT. BIODENTINE™ BioactiveDentinSubstitute.Disponível em: <<http://www.septodontusa.com/products/biodentine>>. Acesso em: Jan 2018.

19. Silva EJ, Carvalho NK, Zanon M, Senna PM, DE-Deus G, Zuolo ML, Zaia AA. Push-out bond strength of MTA HP, a new high-plasticity calcium silicate-based cement. *Braz Oral Res* 2016;30-8.
20. Cintra LTA, Benetti F, de Azevedo Queiroz ÍO, de Araújo Lopes JM, Penha de Oliveira SH, Sivieri Araújo G, Gomes-Filho JE. Cytotoxicity, biocompatibility and biomineralization of the new high-plasticity MTA material. *J Endod* 2017;43;774-8.
21. Tomás-Catalá CJ, Collado-González M, García-Bernal D, Oñate-Sánchez RE, Forner L, Llena C, Lozano A, Castelo-Baz P, Moraleda JM, Rodríguez-Lozano FJ. Comparative analysis of the biological effects of the endodontic bioactive cements MTA Angelus, MTA Repair HP and NeoMTA Plus on human dental pulp stem cells. *Int Endod J* 2017;50:63-72.
22. Guimarães BM, Amoroso-Silva P, Alcalde MP, Marciano MA, Bombarda FA, Duarte MAH. Influence of ultrasonic activation of 4 root canal sealer on filling quality. *J Endod* 2014;40:964-8.
23. Wiese PEB, Silva-Sousa YT, Pereira RD, Estrela C, Domingues LM, Pécora JD, Sousa-Neto MD. Effect of ultrasonic and sonic activation of root canal sealers on the push-out bond strength and interfacial adaptation to root canal dentine. *Int Endod J* 2018;51:102-111.
24. Bernabé PF, Gomes-Filho JE, Bernabé DG, Nery MJ, Otoboni-Filho JA, Dezan-Jr E, Cintra LT. Sealing ability of MTA used as a root end filling material: effect of the sonic and ultrasonic condensation. *Braz Dent J* 2013;24:107-10.
25. Cavenago BC, Pereira TC, Duarte MA, Ordinola-Zapata R, Marciano MA, Bramante CM, Bernardineli N. Influence of powder-to-water ratio on radiopacity, setting time, pH, calcium ion release and a micro-CT volumetric solubility of white mineral trioxide aggregate. *Int Endod J* 2014;47:120-6.
26. Gandolfi MG, Botero T, Bossù M, Riccitiello F, Prati C. Calcium silicate and calcium hydroxide materials for pulp capping: biointeractivity, porosity, solubility and bioactivity of current formulations. *J Appl Biomater Funct Mater*. 2015;13:43-60.

27. Guimarães BM, Vivan RR, Piazza B, Alcalde MP, Bramante CM, Duarte MAH. Chemical-physical Properties and Apatite-forming Ability of Mineral Trioxide Aggregate Flow. *J Endod* 2017;43:1692-1696.
28. Duque JA, Fernandes SL, Bubola JP, Duarte MAH, Camilleri J, Marciano MA. The effect of mixing method on tricalcium silicate-based cement. *Int Endod J* 2018;51:69-78.
29. Lucas CP, Viapiana R, Bosso-Martelo R, Guerreiro-Tanomaru JM, Camilleri J, Tanomaru-Filho M. Physicochemical Properties and Dentin Bond Strength of a Tricalcium Silicate-Based Retrograde Material. *Braz Dent J* 2017;28:51-56.
30. Wu MK, Wesselink PR, Boersma J. A 1-year follow-up study on leakage of four root canal sealers at different thicknesses. *Int Endod J* 1995;28:185-9.
31. International Organization for Standardization. Root Canal Sealing Materials. Geneva, Switzerland: International Organization for Standardization; 2012. ISO 6876.
32. Bortoluzzi EA, Broon NJ, Bramante CM, Felipe WT, Tanomaru Filho M, Esberard RM. The influence of calcium chloride on the setting time, solubility, disintegration, and pH of mineral trioxide aggregate and white Portland cement with a radiopacifier. *J Endod* 2009; 35:550-4.
33. Laurent P, Camps J, De Méo M, Déjou J, About I. Induction of specific cell responses to a Ca<sub>3</sub>SiO<sub>5</sub>-based posterior restorative material. *Dent Mater* 2008;24:1486-94.
34. Seo MS, Hwang KG, Lee J, Kim H, Baek SH. The effect of mineral trioxide aggregate on odontogenic differentiation in dental pulp stem cells. *J Endod* 2013; 39, 242-8.
35. Camilleri J, Formosa L, Damidot D. The setting characteristics of MTA Plus in different environmental conditions. *Int Endod J* 2013;46: 831-40.

## LEGENDAS DAS FIGURAS

**Figura 1.** Reconstruções tridimensionais captadas em microtomografia representativas dos materiais antes e após o período de imersão (7 dias), MTA inicial (a) e após imersão (b), MTA/AUS inicial (c) e após imersão (d), MTAHP inicial (e) e após imersão (f), MTAHP/AUS inicial (g) e após imersão (h), BIO inicial (i) e após imersão (j), BIO/AUS inicial (l) e após imersão (m).

**Figura 2.** Imagens de microscopia eletrônica de varredura com microanálise espectroscópica de raios X por dispersão em energia, avaliando a composição química do MTA e MTA/AUS recém-preparadas e imersas em HBSS por 28 dias.

**Figura 3.** Imagens de microscopia eletrônica de varredura com microanálise espectroscópica de raios X por dispersão em energia, avaliando a composição química do MTAHP e MTAHP/AUS recém-preparadas e imersas em HBSS por 28 dias.

**Figura 4.** Imagens de microscopia eletrônica de varredura com microanálise espectroscópica de raios X por dispersão em energia, avaliando a composição química do BIO e BIO/AUS recém-preparadas e imersas em HBSS por 28 dias.

Figura 1.

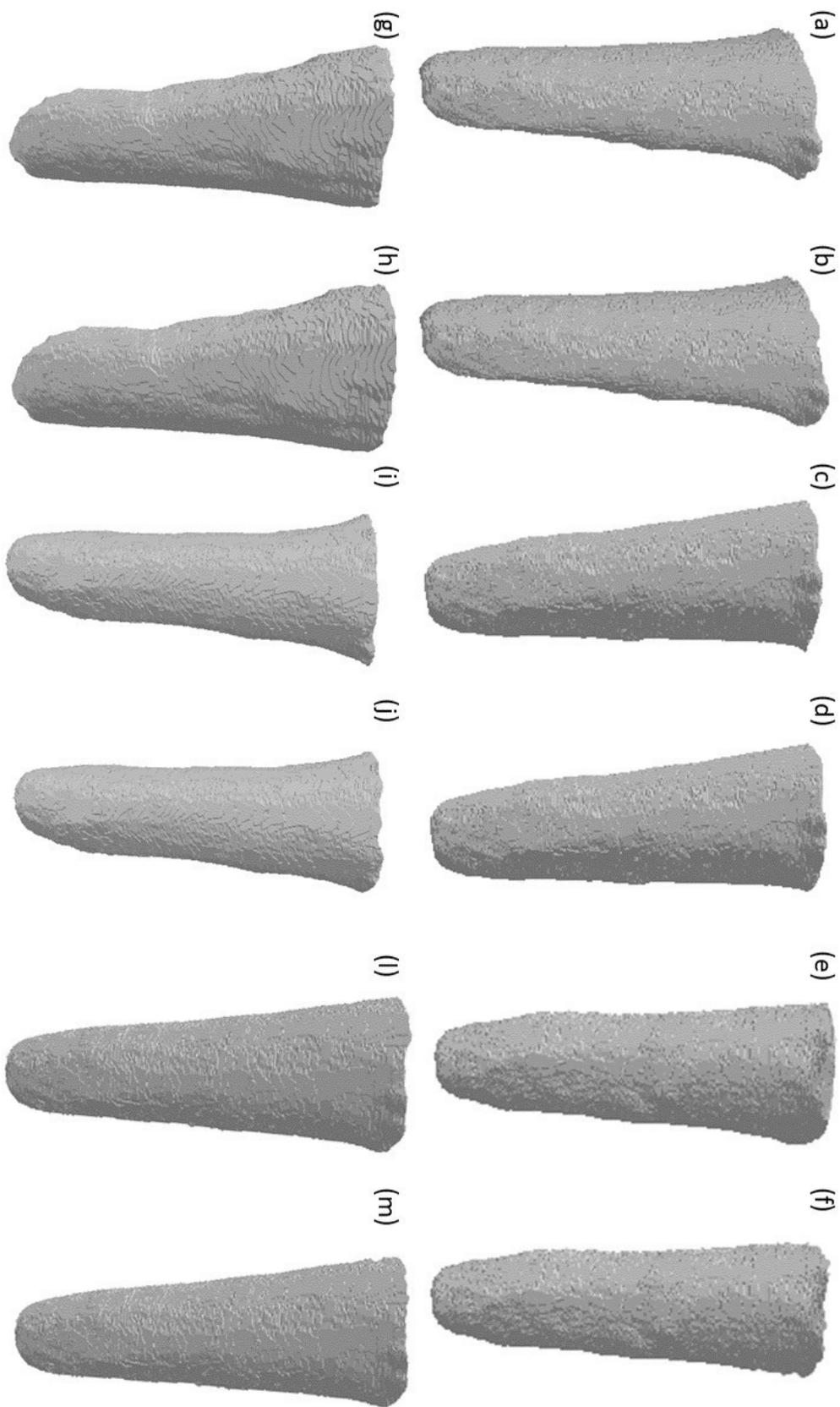


Figura 2.

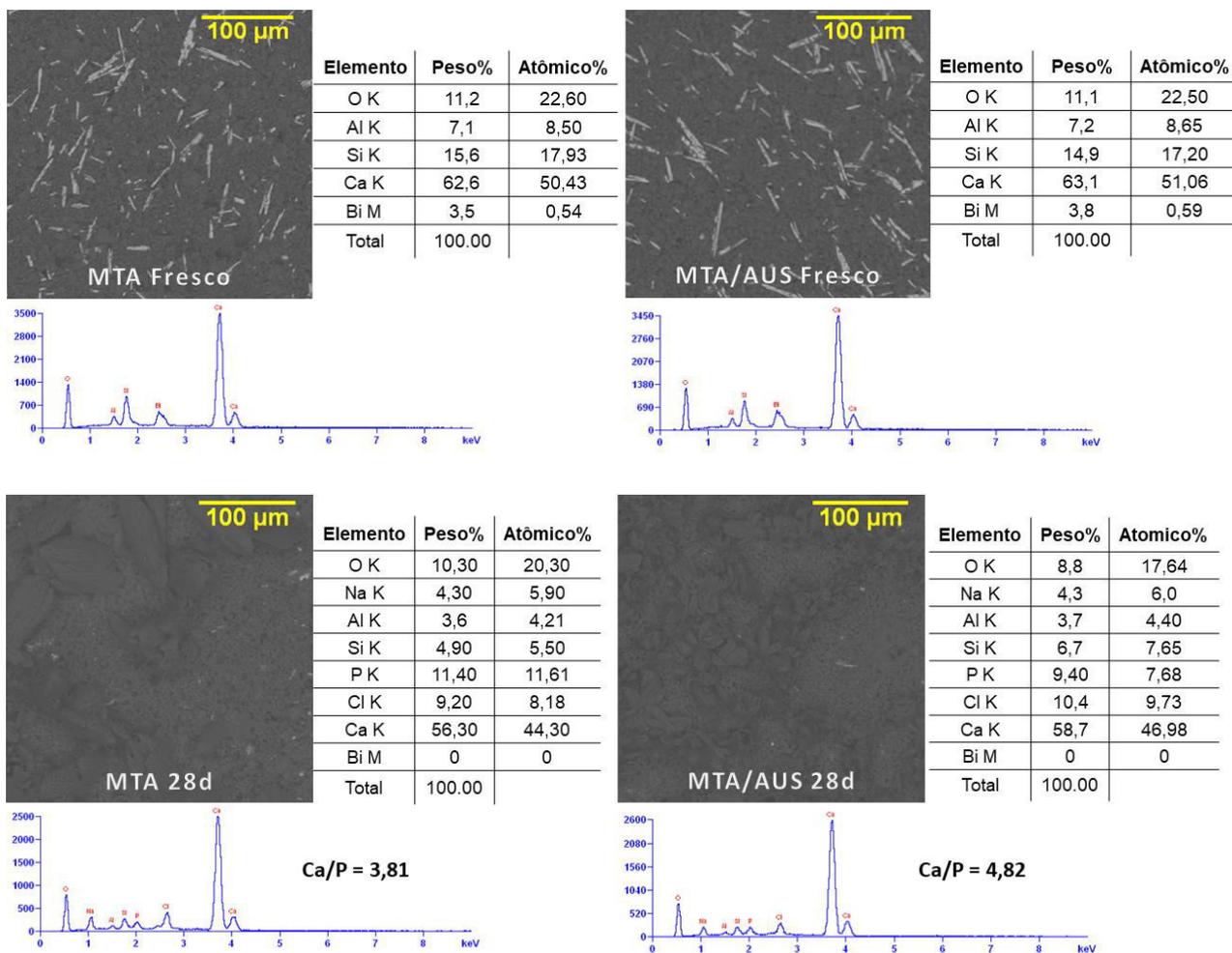


Figura 3.

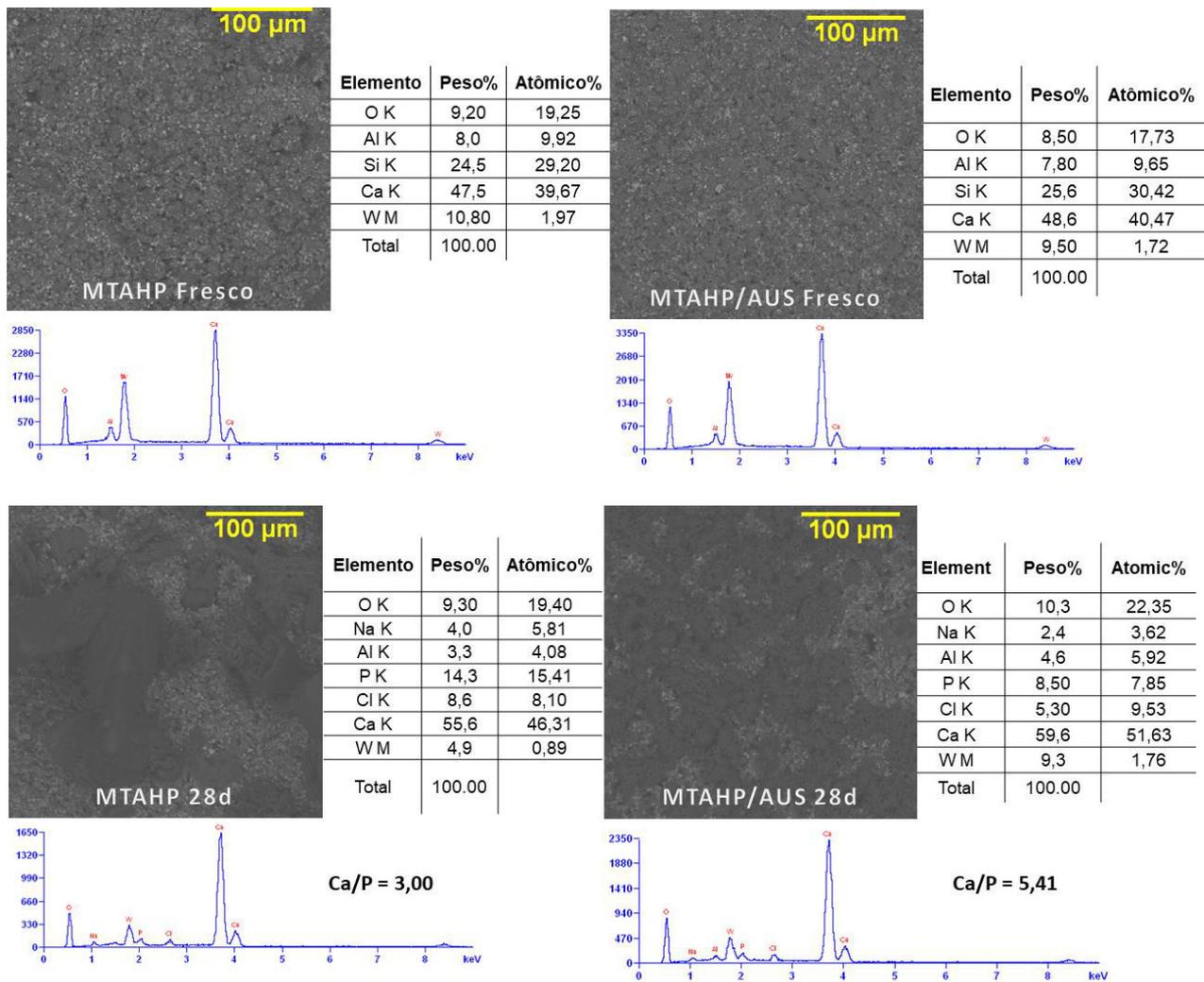
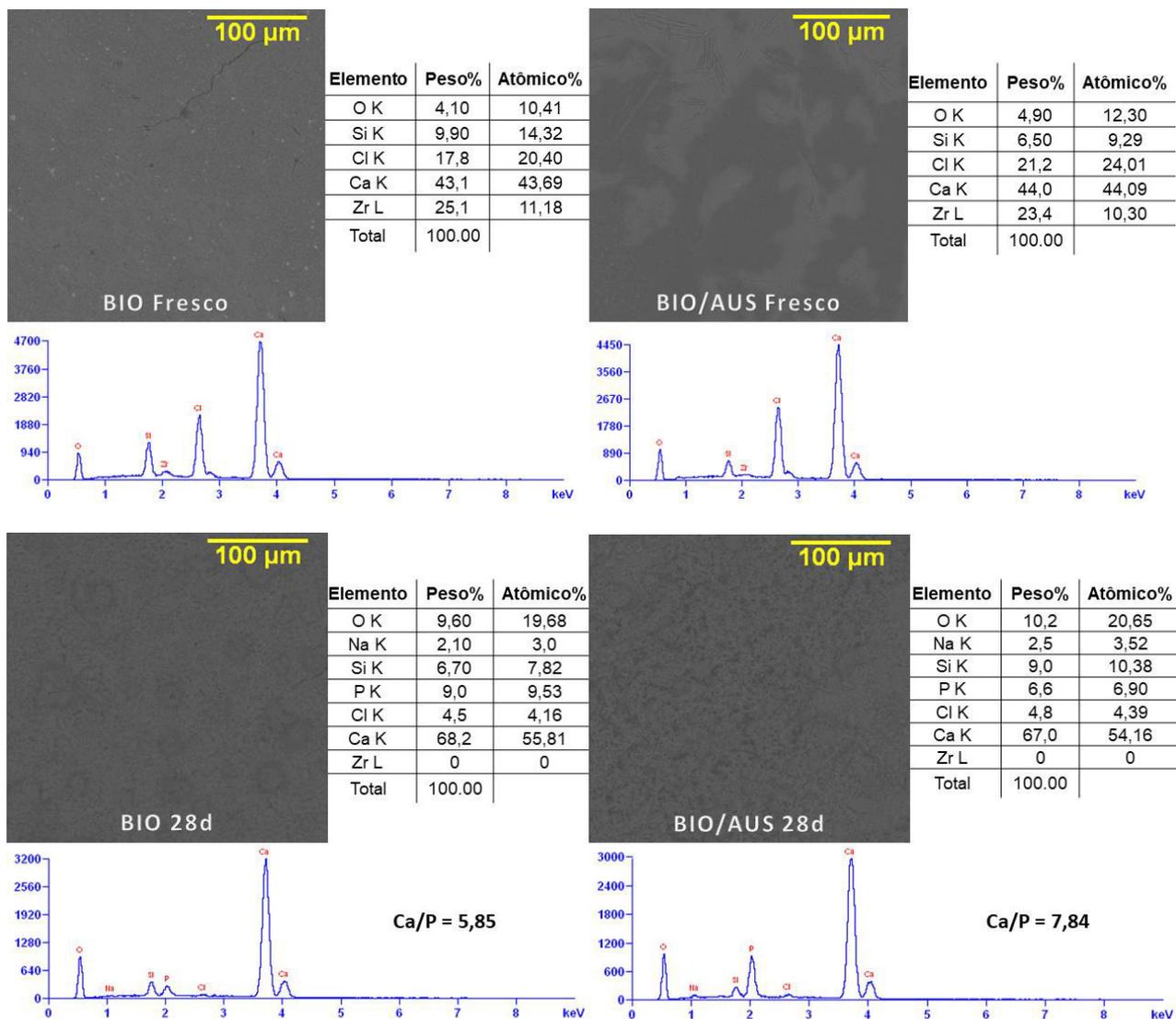


Figura 4.



## TABELAS

**Tabela 1. Média e desvio padrão do tempo de presa inicial e final (minutos) valores encontrados para os materiais reparadores.**

Material	Agitação ultrassônica	Tempo de presa inicial	Desvio Padrão	Tempo de presa final	Desvio Padrão
MTA-Angelus	Sem	40,80 <sup>a,A</sup>	± 3,03	149,00 <sup>a,B</sup>	± 7,68
	Com	64,60 <sup>b,B</sup>	± 15,27	145,00 <sup>a,B</sup>	± 7,84
MTA Repair HP	Sem	39,00 <sup>a,A</sup>	± 4,3	154,40 <sup>b,B</sup>	± 26,61
	Com	38,40 <sup>a,A</sup>	± 5,94	114,60 <sup>a,B</sup>	± 4,27
Biodentine	Sem	35,60 <sup>b,A</sup>	± 7,66	64,40 <sup>b,A</sup>	± 4,98
	Com	22,40 <sup>a,A</sup>	± 5,85	42,40 <sup>a,A</sup>	± 7,56

<sup>a,b</sup>Letras minúsculas sobrescritas diferentes indicam diferença estatisticamente significativa de acordo com o teste de ANOVA e Tukey (P <0,05) considerando os parâmetros de agitação para cada material.

<sup>A,B</sup>Letras maiúsculas sobrescritas diferentes indicam diferença estatisticamente significativa de acordo com os testes ANOVA e Tukey (P<0,05), considerando os materiais expostos para os mesmos parâmetros.

**Tabela 2.** Estabilidade volumétrica (%) valores encontrados para os materiais reparadores.

Material	Agitação ultrassônica	Mediana	Min. - Max.
MTA-Angelus	Sem	1,28 <sup>a,A</sup>	(0,5 - 1,85)
	Com	0,98 <sup>a,A</sup>	(0,48 - 1,68)
MTA Repair HP	Sem	1,77 <sup>a,A</sup>	(1,26 - 2,94)
	Com	1,68 <sup>a,B</sup>	(1,17 - 2,87)
Biodentine	Sem	1,56 <sup>a,A</sup>	(1,18 - 2,96)
	Com	1,35 <sup>a,AB</sup>	(0,79 - 2,79)

<sup>a,b</sup>Letras minúsculas sobrescritas diferentes indicam diferença estatisticamente significativa, de acordo com o teste de Mann Whitney ( $P < 0,05$ ), considerando os parâmetros de agitação para cada material.

<sup>A,B</sup>Letras maiúsculas sobrescritas diferentes indicam diferença estatisticamente significativa, de acordo com os testes Kruskal-Wallis e Dunn ( $P < 0,05$ ), considerando os materiais expostos para os mesmos parâmetros.

## 5. CONCLUSÃO GERAL

Em função dos métodos empregados e considerando as limitações do estudo, pode-se concluir que:

1. O Biodentine apresentou menores tempos de presa final, os quais foram ainda menores quando a agitação ultrassônica foi empregada. De maneira oposta, essa agitação aumentou o tempo de presa inicial do MTA.
2. Os cimentos se mostraram estáveis volumetricamente, não sendo influenciados pela agitação ultrassônica.
3. Todos os materiais foram capazes de formar depósitos de fosfato de cálcio em sua superfície após imersão em HBSS, sendo a proporção atômica Ca/P aumentada, quando uso da agitação ultrassônica.

## 6. REFERÊNCIAS (INTRODUÇÃO GERAL)

American Association of Endodontists (AAE) publicou em sua web site (<<http://www.aae.org>> Acesso em: Sep de 2017).

Abdullah D., Ford TR, Papaioannou S, Nicholson J, Mcdonald F. An evaluation of accelerated Portland cement as a restorative material. **Biomaterials**, v. 23, n. 19, p. 4001-10, Oct. 2002.

Camilleri J. Characterization and hydration kinetics of tricalcium silicate cement for use as a dental biomaterial. **Dent Mater**, v. 27, n. 8, p. 836-44, Aug. 2010.

Camilleri J. Sealers and warm gutta-percha obturation techniques. **J Endod**, v. 41, n. 1, p. 72-8, Jan. 2015.

Cavenago BC, Pereira TC, Duarte MA, Ordinola-Zapata R, Marciano MA, Bramante CM, Bernardineli N. Influence of powder-to-water ratio on radiopacity, setting time, pH, calcium ion release and a micro-CT volumetric solubility of white mineral trioxide aggregate. **Int Endod J**, v. 47, n. 2, p. 120-6, Feb. 2014.

Cintra LTA, Benetti F, de Azevedo Queiroz ÍO, de Araújo Lopes JM, Penha de Oliveira SH, Sivieri Araújo G, Gomes-Filho JE. Cytotoxicity, biocompatibility and biomineralization of the new high-plasticity MTA material. **J Endod**, v. 43, n. 5, p. 774-8, May. 2017.

Deal BF, Wenckus CS, Jonhson BR, Fayad MI. Chemical and physical properties of MTA, portland cement, and a new experimental material, fast-set MTA. **J Endod**, v. 28, n. 3, p. 252, Mar. 2002.

Duarte MAH, Balan NV, Zeferino MA, Vivan RR, Moraes CA, Tanomaru-Filho M, Ordinola-Zapata R, Morais IG. Effect of ultrasonic activation on pH and calcium released by calcium hydroxide pastes in simulated external root resorption. **J Endod**, v. 38, n. 6, p. 834-7, Jun. 2012.

Duarte MAH, Demarchi ACCO, Yamashita JC, Kuga MC, Fraga SC. pH and calcium ion release of 2 root filling materials. **Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod**, v. 95, n. 3, p. 345-7, Mar. 2003.

Gandolfi MG, Taddei P, Tinti A, Prati C. Apatite-forming ability (bioactivity) of ProRoot MTA. **Int Endod J**, v. 43, n. 10, p. 917-29, Oct. 2010.

Guerreiro-Tanomaru JM, Chávez-Andrade GM, de Faria-Júnior NB, Watanabe E, Tanomaru-Filho M. Effect of Passive Ultrasonic Irrigation on *Enterococcus faecalis* from Root Canals: An Ex Vivo Study. **Braz Dent J**, v. 26, n. 4, p. 342-6, Jul-Aug. 2015.

Guimarães BM, Amoroso-Silva P, Alcalde MP, Marciano MA, Bombarda FA, Duarte MAH. Influence of ultrasonic activation of 4 root canal sealer on filling quality. **J Endod**, v. 40, n. 7, p. 964-8, Jul. 2014.

Guneser MB, Akabulit MB, Eldeniz AU. Effect of various endodontic irrigants on the push-out bond strength of Biodentine and conventional root perforation repair materials. **J Endod**, v. 39, n. 3, p. 380-4, Mar. 2013.

Hoen MM, Labounty GL, Keller DL. Ultrasonic endodontic sealer placement. **J Endod**, v. 14, n. 4, p. 169-74, Apr. 1988.

Holland R, De Souza V, Nery MJ, Otoboni Filho JA, Bernabe PF, Dezan Junior E. Reaction of rat connective tissue to implanted dentin tubes filled with mineral trioxide aggregate or calcium hydroxide. **J Endod**, v. 25, n. 3, p. 161-6, Mar. 1999.

Holland R, De Souza V, Nery MJ, Faraco-Júnior IM, Bernabé PF, Otoboni-Filho JA, Dezan-Júnior E. Reaction of rat connective tissue to implanted dentin tube filled with mineral trioxide aggregate, Portland cement or calcium hydroxide. **Braz Dent J**, v. 12, n. 1, p. 3-8, 2001.

Ikram OH, Patel S, Sauro S, Mannocci F. Micro-computed tomography of tooth tissue volume changes following endodontic procedures and post space preparation. **Int Endod J**, v. 42, n. 12, p. 1071-6, Dec. 2009.

Justo AM, Da Rosa RA, Santini MF, Ferreira MBC, Pereira JR, Duarte MAH, SO MVR. Effectiveness of final irrigant protocols for debris removal from simulated canal irregularities. **J Endod**, v. 40, n. 12, p. 2009-14, Dec. 2014.

Kleverlaan CJ, Duinen RN, Feilzer AJ. Mechanical properties of glass ionomer cements affected by curing methods. **Dent Mater**, v. 20, n. 1, p. 45-50, Jan. 2004.

Kokubo T, Takadama H. How useful is SBF in predicting in vivo bone bioactivity? **Biomaterials**, v. 27, n. 15, p. 2907-, May. 2006.

Lee SJ, Monsef M, Torabinejad M. Sealing ability of a mineral trioxide aggregate for repair of lateral root perforations. **J Endod**, v. 19, n. 11, p. 541-4, Nov. 1993.

Lopes H, Siqueira Jr JF. Endodontia: biologia e técnica. **Elsevier Brasil**, 2015.

Marion JJC. Processo de reparo de dentes de cães após biopulpectomia e obturação dos canais radiculares com cimento Sealapex ou MTA manipulado com propilenoglicol associados ao efeito do emprego ou não do curativo corticosteroide antibiótico. 2008. 377 f. Dissertação (Mestrado em Endodontia) – Universidade de Marília, Marília, 2008.

Matsumoto S, Hayashi M, Suzuki Y, Suzuki N, Maeno M, Ogiso B. Calcium ions released from mineral trioxide aggregate convert the differentiation pathway of C2C12 cells into osteoblast lineage. **J Endod**, v. 39, n. 1, p. 68-75, Jan. 2013.

Parirokh M, Torabinejad M. Mineral trioxide aggregate: a comprehensive literature review--Part III: Clinical applications, drawbacks, and mechanism of action. **J Endod**, v. 36, n. 3, p. 400-13, Mar, 2010.

SEPTODONT.BIODENTINE™ BioactiveDentinSubstitute.Disponível em:  
<<http://www.septodontusa.com/products/biodentine>>. Acesso em: Sep 2017.

Seux D, Couble ML, Hartmann DJ, Gauthier JP, Magloire H. Odontoblast-like cytodifferentiation of human dental pulp cells in vitro in the presence of calcium hydroxide – containing cement. **Arch Oral Biol**, v. 36, n. 2, p. 117-28, 1991.

Silva EJ, Carvalho NK, Zanon M, Senna PM, DE-Deus G, Zuolo ML, Zaia AA. Push-out bond strength of MTA HP, a new high-plasticity calcium silicate-based cement. **Braz Oral Res**, v. 30, n. 1, Jun. 2016.

Tada H, Nemoto E, Kanaya S, Hamaji N, Sato H, Shimauchi H. Elevated extracellular calcium increases expression of bone morphogenetic protein-2 gene via a calcium channel and ERK pathway in human dental pulp cells. **Biochem Biophys Res Commun**, v. 394, n. 4, p. 1093-7, Apr. 2010.

Tomás-Catalá CJ, Collado-González M, García-Bernal D, Oñate-Sánchez RE, Forner L, Llena C, Lozano A, Castelo-Baz P, Moraleda JM, Rodríguez-Lozano FJ. Comparative analysis of the biological effects of the endodontic bioactive cements MTA Angelus, MTA Repair HP and NeoMTA Plus on human dental pulp stem cells. **Int Endod J**, v.50, n. 2, p. 63-72, Dec. 2017.

Tomás-Catalá CJ, Collado-González M, García-Bernal D, Oñate-Sánchez RE, Forner L, Llena C, Lozano A, Moraleda JM, Rodríguez-Lozano FJ. Biocompatibility of New Pulp-capping Materials NeoMTA Plus, MTA Repair HP, and Biodentine on Human Dental Pulp Stem Cells. **Int Endod J**, v.44, n. 1, p. 126-132, Jan. 2018.

Torabinejad M, Watson TF, Pitt Ford TR. Sealing ability of a mineral trioxide aggregate when used as a root end filling material. **J Endod**, v. 19, n. 12, p. 591-5, Dec. 1993.

Torabinejad M, Hong CU, Lee SJ, Monsef M, Pitt Ford TR. Investigation of mineral trioxide aggregate for root-end filling in dogs. **J Endod**, v. 21, n. 12, p. 603-8, Dec. 1995.

Torabinejad M, Parirokh M, Dummer PMH. Mineral trioxide aggregate and other bioactive endodontic cements: an updated overview - part II: other clinical applications and complications. **Int Endod J**, v. 51, n. 3, p. 284-317, Aug. 2018.

Towler MR, Bushby AJ, Billington RW, Hill RG. A preliminary comparison of the mechanical properties of chemically cured and ultrasonically cured glass ionomer cements, using nano-indentation techniques. **Biomaterials**, v. 22, n. 11, p. 1401-6, Jun 2001.

Vasconcelos BC, Bernardes RA, Cruz SML, Duarte MAH, PadilhaPM, Bernadineli N, Garcia RB, Bramante CM, Moraes IG. Evaluation of pH and calcium ion release of new root-end filling materials. **Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod**, v. 108, n. 1, p. 135-9, Jul. 2009.

Vier-Pelisser FV, Dummer PM, Bryant S, Marca C, Só MV, Figueiredo JA. The anatomy of the root canal system of three-rooted maxillary premolars analysed using high-resolution computed tomography. **Int Endod J**, v. 43, n. 12, p. 1122-31, Dec. 2010.

Witherspoon DE, Ham K. One visit apexification: technique for inducing root-end barrier formation in apical closures. **Pract Proced Aesth Dent**, v. 13, n. 6, p. 455-60, Aug. 2001.

Wucherpfenning A, Green D. Mineral trioxide aggregate vs. Portland Cement: two biocompatible filling materials. **J Endod**, v. 25, n. 4, p. 308, Apr. 1999.

Zou L, Liu J, Yin S, Li W, Xie J. In vitro evaluation of the sealing ability of MTA used for the repair of furcation perforations with and without the use of an internal matrix. **Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod**, v. 105, n.6, p. 61-5, Jun. 2008.

## APÊNDICE

### METODOLOGIA AMPLIADA:

Os materiais utilizados nos testes foram: MTA-Angelus Branco (MTA; Angelus Indústria de Produtos Odontológicos S/A, Londrina, PR, Brasil), MTA Repair HP (MTAHP; Angelus Indústria de Produtos Odontológicos S/A) e Biodentine (BIO; Septodont, Saint Maur dês Fosse's, Cedex, França). Independente da metodologia aplicada, os materiais/tratamentos foram divididos em grupos conforme apresentado no Quadro 1.

**Quadro 1 – Divisão dos Grupos Experimentais**

<b>Cimento</b>	<b>Tratamento</b>
MTA branco Angelus	Sem agitação ultrassônica (G1.1) Com agitação ultrassônica (G1.2)
MTA Repair HP	Sem agitação ultrassônica (G2.1) Com agitação ultrassônica (G2.2)
Biodentine	Sem agitação ultrassônica (G3.1) Com agitação ultrassônica (G3.2)

Quanto à composição dos mesmos, suas formulações, formas de apresentação e manipulação encontram-se nos tópicos abaixo:

#### MTA-ANGELUS BRANCO:

Sua composição, segundo o fabricante, encontra-se na Tabela 1. É apresentado na forma de dois frascos, um frasco de vidro contendo 2,0 g de pó e outro de plástico com bico dosador contendo 3,0 mL de água destilada. A manipulação deve obedecer à relação de 3:1 (pó/líquido) em peso, segundo fabricante.

**Quadro 2. Composição do pó do Cimento MTA-Angelus branco.**

<b>Cimento Portland</b>		
Silicato tricálcico	$3\text{CaO-SiO}_2$	80%
Silicato dicálcico	$2\text{CaO-SiO}_2$	
Aluminato tricálcico	$3\text{CaO-Al}_2\text{O}_3$	
<b>Óxido de Bismuto</b>	$\text{Bi}_2\text{O}_3$	20%

\*Valores de proporção em peso.

#### MTA REPAIR HP:

Encontra-se disponível na apresentação pó/líquido na forma de cápsulas monodose contendo 0,085 g de pó e frascos plásticos, também monodose, contendo líquido composto por água destilada e plastificante. A composição de seu pó, segundo o fabricante, encontra-se na Tabela 2:

**Quadro 3. Composição do pó do Cimento MTA Repair HP.**

<b>Cimento Portland</b>	
Silicato tricálcico	$3\text{CaO-SiO}_2$
Silicato dicálcico	$2\text{CaO-SiO}_2$
Aluminato tricálcico	$3\text{CaO-Al}_2\text{O}_3$
<b>Óxido de Cálcio</b>	$\text{CaO}$
<b>Tungstato de Cálcio</b>	$\text{CaWO}_4$

\*Valores de proporção não divulgados pelo fabricante.

Ainda, segundo o fabricante, deve ser manipulado respeitando a proporção previamente determinada nos frascos monodose de pó/líquido, sendo o suficiente para uma aplicação.

#### BIODENTINE:

Esse material encontra-se disponível na forma de cápsulas pré-dosadas que devem ter seu lacre rompido liberando o pó, em seguida, essa cápsula deve ser aberta e uma dose do líquido deve ser vertida no interior da mesma. Deve-se proceder, então, o fechamento da cápsula e a agitação mecânica da mesma, em amalgamador (4000 ciclos/min.) por 30 segundos.

Apesar de não informar a composição exata do cimento, o fabricante faz constar em sua bula a seguinte composição:

#### Quadro 4. Composição do cimento Biodentine.

Pó - 0,7 g	Silicato tricálcico	$3\text{CaO-SiO}_2$
	Silicato dicálcio	$2\text{CaO-SiO}_2$
	Carbonato de cálcio	$\text{CaCO}_3$
	Óxido de zircônia	$\text{ZrO}_2$
	Óxido de ferro	$\text{FeO}_3$
Líquido - 0,18 mL	Cloreto de cálcio	$\text{CaCl}_2$
	Polímero Hidrosolúvel	-----
	Água	$\text{H}_2\text{O}$

\*Valores de proporção não divulgados pelo fabricante.

#### Determinação do tempo de presa (inicial e final)

O tempo de presa foi determinado com base da norma ISO 6876/2012. Independente do grupo a que fariam parte, os cimentos foram manipulados, de acordo com as recomendações dos fabricantes, e inseridos em anéis metálicos com 10 mm de diâmetro interno e 2,0 mm de altura em todos os grupos experimentais.

Nos grupos submetidos à agitação ultrassônica (MTA/AUS, MTAHP/AUS e BIO/AUS), um inserto cônico liso (E5; Helse Ultrasonics, Santa Rosa do Viterbo, SP, Brasil), programado para potência 03 (aproximadamente 30%), foi introduzido no centro da massa do material e, em seguida, ativado por aparelho ultrassônico piezoelétrico (Piezon Master 200; EMS, Nyon, Geneva, Suíça). Foram realizados dois ciclos de 20 segundos de agitação em sentido distintos (cima-baixo, direita-esquerda) (GUIMARÃES *et al.*, 2014). Ao final da agitação a superfície dos espécimes foi regularizada.

Posteriormente, os espécimes foram mantidos em estufa a 37 °C e umidade relativa de 95% ± 5%. Uma agulha do tipo Gilmore de 113,4 g foi usada para determinar o tempo de presa inicial; já o tempo de presa final foi determinado com uma agulha do tipo Gilmore de 453,6 g. Os tempos de presa foram aferidos, depois de decorridos 180 segundos desde o início da mistura, até que nenhuma endentação pudesse ser notada na superfície da amostra.

### **Determinação da estabilidade volumétrica**

Para a realização desta análise foram utilizados 60 dentes de acrílico (IM do Brasil, São Paulo, SP, Brasil), padronizados, que tiveram suas porções apicais seccionadas 3 mm coronariamente ao ápice radicular (Figura 1A). Em seguida, cavidades retrógradas foram confeccionadas com broca esférica 1/4 de aço com 3 mm de profundidade. Depois de aleatoriamente divididos entre os 6 grupos experimentais ( $n = 10$ ), as cavidades foram preenchidas com cimentos recém-manipulados. Empregou-se um microaplicador de MTA (Angelus Indústria de Produtos Odontológicos S/A) e um condensador de tamanho compatível com a cavidade. Nos grupos nos quais a agitação foi utilizada, a mesma foi empregada em dois ciclos de 20 segundos, conforme metodologia descrita para o teste de tempo de presa.

Os espécimes foram imediatamente escaneados (Figura 1B) em um microtomógrafo SkyScan 1174v2 (Bruker-microCT, Kontich, Bélgica) (Figura 2), com parâmetros de exposição em 50 kV, 800 mA, 360 graus de rotação e uma resolução isotrópica de 19,6 µm. Após o escaneamento inicial, os espécimes foram imersos individualmente em frascos contendo 10 mL de água deionizada (Figura 1C) e armazenados a 37 °C por 168 horas. Decorrido o período de armazenamento, os dentes de acrílico foram removidos dos frascos, secos com papel absorvente e novamente

digitalizados, utilizando os mesmos parâmetros de captação. As imagens digitais foram reconstruídas no software NRecon v1.6.4.8 (Bruker-microCT), proporcionando cortes transversais e axiais; o software CTan v1.11.10.0 (Bruker-microCT) foi utilizado para as medições de volume inicial e final. A estabilidade volumétrica foi determinada em percentual, calculando a diferença entre o volume do material da retrocavidade antes e após o período de imersão (CAVENAGO *et al.*, 2014).

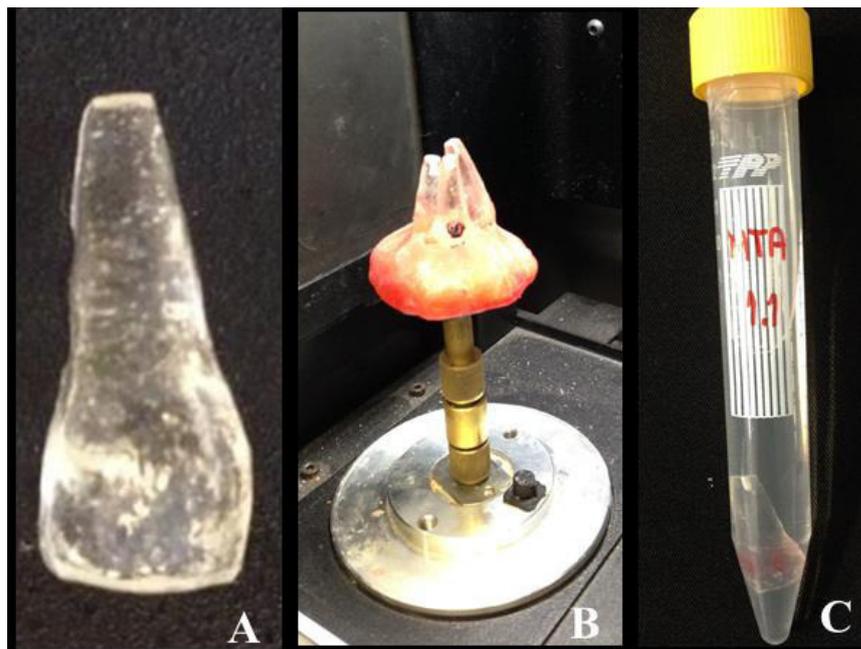


Figura 1: (A) Dentes de acrílico seccionados 3 mm ao ápice radicular. (B) Posicionamento de 3 dentes de acrílico no interior do microtomógrafo. (C) Tubos de fálcons com 10 mL de água destilada.

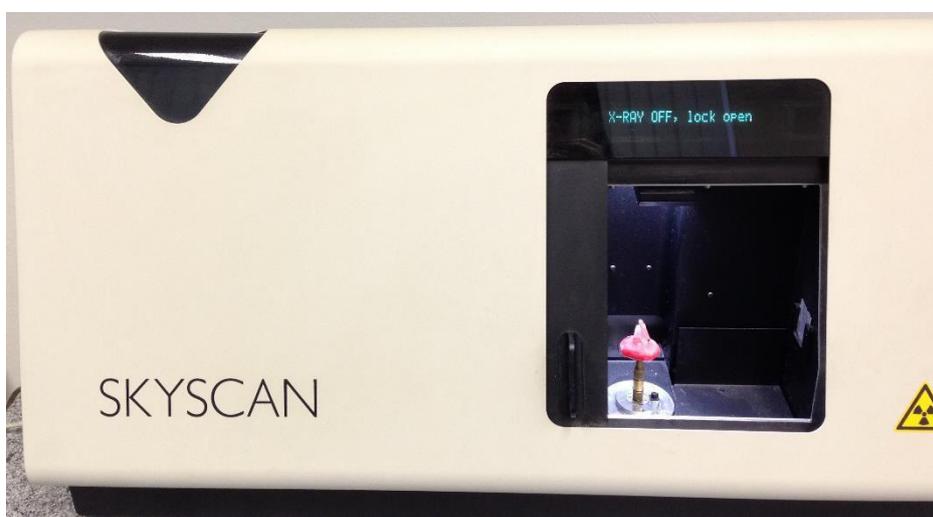


Figura 2: Microtomógrafo SkyScan 1174v2.

### Determinação da capacidade de formação de apatita

Para realização desta análise foram confeccionados discos com os cimentos reparadores recém-manipulados (8,0 mm de diâmetro x 1,6 mm de espessura) (Figura 3). Nos grupos nos quais a agitação ultrassônica foi empregada, o protocolo seguiu conforme descrito nas metodologias anteriores. Após o preparo, as amostras frescas foram analisadas, por meio de análise elementar por espectroscopia de raios X por dispersão em energia (EDX) integrado a microscópio eletrônico de varredura (MEV; Aspex Express Scanning Electron Microscope, Eindhoven, Holanda) (Figura 4), e imersas verticalmente em 20 mL de solução salina balanceada de Hank (HBSS; Lonza Walkersville Inc, Walkersville, MD, EUA) e armazenados em estufa a 37 °C durante 28 dias; o HBSS era renovado a cada 7 dias. Os discos foram novamente analisados, após 28 dias em condições úmidas sem qualquer preparação da amostra, sob baixo vácuo (100 Pa) e com 20 kV. Em função dos dados qualitativos e semiquantitativos fornecidos pelo EDX, realizou-se o cálculo da formação de apatita obtido pelas proporções atômicas de cálcio e fósforo (Ca/P) presentes na superfície dos materiais. A formação de apatita/fosfato de cálcio é presumida quando a razão Ca/P exceder a razão de 1,67 (GANDOLFI *et al.*, 2010; GANDOLFI *et al.*, 2014; GUIMARÃES *et al.*, 2017).

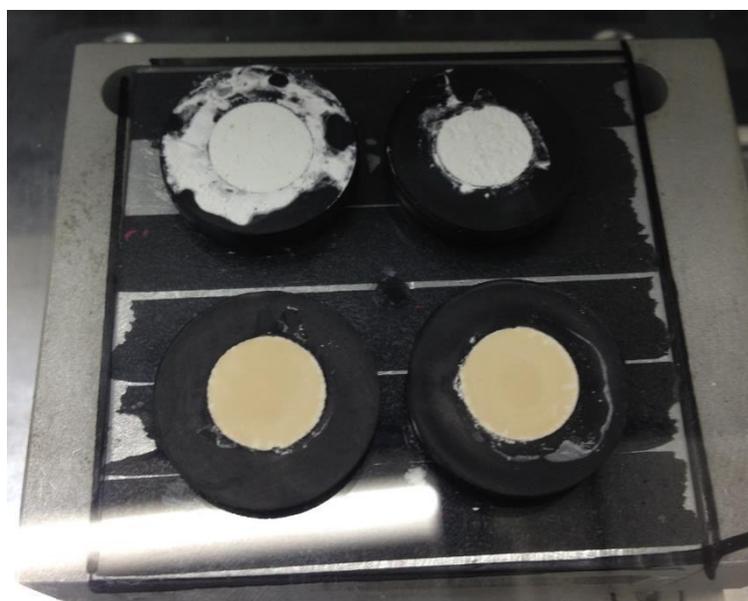


Figura 3: Corpo de prova (discos) com cimentos reparadores.

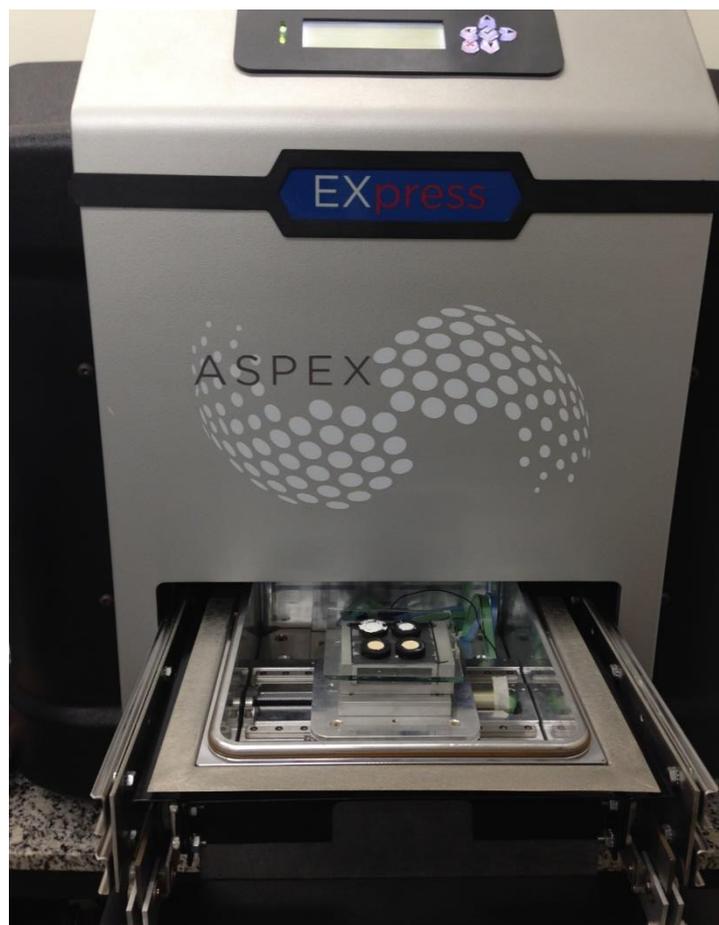


Figura 4: Microscópio eletrônico de varredura Aspex Express Scanning Electron Microscope.