



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE MARINGÁ
CENTRO DE CIÊNCIAS DA SAÚDE
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA
INTEGRADA

LYZ CRISTINA FURQUIM CANALI

**A interferência do sangue e soro fisiológico na solubilidade, pH e
componente iônico das obturações retrógradas de MTA branco Ângelus®**

Maringá
2015

LYZ CRISTINA FURQUIM CANALI

A interferência do sangue e soro fisiológico na solubilidade, pH e componente iônico das obturações retrógradas de MTA branco Ângelus®

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia Integrada do Departamento de Odontologia, Centro de Ciências da Saúde da Universidade Estadual de Maringá, como parte integrante dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Odontologia Integrada.

Orientador: Prof. Dr. Carlos Alberto Herrero de Moraes

Maringá

2015

Dados Internacionais de Catalogação-na-Publicação (CIP)

(Biblioteca Central - UEM, Maringá – PR., Brasil)

Canali, Lyz Cristina Furquim

C212i A interferência do sangue e soro fisiológico na solubilidade pH e componente iônico das obturações retrógadas de MTA branco Ângelus / Lyz Cristina Furquim Canali. -- Maringá, 2014.

79 f.; Il. color

Orientador: Prof. Dr. Carlos Alberto Herrero de Moraes.

Dissertação (Mestrado em Odontologia Integrada)- Universidade Estadual de Maringá, Centro de Ciências da Saúde. Programa de Pós-graduação em Odontologia Integrada.

1.Endodontia. 2.Trióxido mineral. 2. MTA. 3. Propriedade física. I. Moraes, Carlos Alberto Herreiro de. II. Universidade Estadual de Maringá. Centro de Ciências da Saúde. Programa de Pós-graduação em Odontologia. III. Título.

21.ed. 617.6

Cicilia Conceição de Maria

CRB9- 1066

LYZ CRISTINA FURQUIM CANALI

**A interferência do sangue, soro fisiológico na solubilidade, pH e
componente iônico das obturações retrógradas de MTA branco Ângelus®**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia Integrada do Departamento de Odontologia, Centro de Ciências da Saúde da Universidade Estadual de Maringá, como parte integrante dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Odontologia Integrada pela comissão julgadora composta pelos membros:

Prof. Dr. Carlos Alberto Herrero de Moraes
1ª Examinador Presidente
Universidade Estadual de Maringá - UEM

Prof. Dr. Marco Antônio Hungaro Duarte
2ª Examinador
Faculdade de Odontologia de Baurú - USP

Prof.^a Dr.^a Raquel Sano Sugo Terada
3ª Examinadora
Universidade Estadual de Maringá - UEM

Maringá, 19 de Janeiro de 2015

DEDICATÓRIA

Ao meu querido e amado pai, ***Orildo***, pela educação e preocupação que sempre teve comigo. Pela paciência e compreensão para que eu pudesse realizar meu grande sonho, por acreditar no meu valor e acima de tudo pelo seu amor incondicional. Tudo é fruto dos seus ensinamentos de dignidade, humildade e honestidade.

A minha querida e amada mãe, ***Ana Maria***, por todo seu ensinamento, amizade e companheirismo sempre, meu espelho de lição de vida, determinação e caráter, que sempre me estimulou e me apoiou por todos os momentos da minha vida, doando-se por completo e dedicando-se ao extremo, sem hesitar ao longo da minha caminhada, esse trabalho também é seu.

Aos meus queridos e gloriosos irmãos, ***Rafael*** e ***Clarissa***, pela compreensão, apoio e ajuda que sempre tiveram comigo e ainda pela estimulação constante a seguir em frente, com muita fé e sabedoria em todos os momentos vividos na vida e por estarem sempre ao meu lado, fortalecendo nossos elos de amizade, cumplicidade e companheirismo.

A vocês dedico esse trabalho realizado com muito amor e satisfação.

AGRADECIMENTOS

A ***Deus***, pela vida, pela bênção de uma família e amigos maravilhosos, pelas pessoas que colocou em meu caminho, que sem dúvidas foram determinantes em toda a minha formação profissional e pessoal, pelos exemplos de vida, pela fé e sabedoria por mim exercida em todos os momentos da vida. Enfim, agradeço por estar ao meu lado em todos os momentos da minha vida, por guiar-me, proteger-me e iluminar meus passos. *Muito obrigada Senhor pelas graças concebidas!*

Ao meu orientador, ***Prof. Dr. Carlos Alberto Herrero de Moraes***, pela paciência, conselhos, orientação segura e precisa durante a realização desse trabalho, um exemplo de professor e de pessoa para se espelhar e seguir. Durante esses dois anos, eu aprendi não somente sobre Odontologia, mas coisas para a vida. A maneira como sabe colocar as palavras na hora certa, o faz ser pessoa autêntica e querida no meio acadêmico. Gostaria de agradecer por tudo que me ensinou e fez por mim e por esse trabalho. Sou muito grata a Deus pela oportunidade de ter sido a sua primeira orientada, uma honra para mim. Rezo a Deus para que te conceda muitas bênçãos em sua vida e de sua família. Deixo aqui meu eterno agradecimento, carinho e gratidão.

Ao ***Prof. Dr. Marco Antônio Hungaro Duarte***, pela oportunidade de executar o trabalho no Departamento de Endodontia da FOB/USP-Bauru, por ter tido o prazer de conhecê-lo, pela ajuda, dedicação e ensinamentos fornecidos durante a realização deste trabalho, sua participação foi imprescindível. Não tenho palavras para agradecer por tudo que me proporcionou e expressar tamanha alegria por tudo, és um ícone na Endodontia, deixo minha grande admiração e eterna gratidão.

À ***Prof^a. Dr^a. Raquel Sano Sugo Terada***, pelos ensinamentos e conhecimentos transmitidos, pela oportunidade de crescer profissionalmente ao seu lado, por toda atenção e dedicação para comigo e ao trabalho, fico muito feliz e muito grata por mais uma vez ter a sua participação em mais uma etapa de minha vida.

Aos ***professores do Mestrado em Odontologia Integrada da UEM***, pela dedicação e preciosos ensinamentos.

Ao Departamento da pós-graduação e a secretária **Sônia Maria Borean Borghi**, que nunca mediu esforços para colaborar e dar atenção com os nossos pedidos.

À **Psicóloga Adriana Furlan**, pelo incentivo, especialmente por me fazer acreditar na minha competência e capacidade, que me fizeram chegar até aqui.

Ao colega **Bruno Cavalini Cavenago**, pela ajuda durante toda a execução do trabalho, pelos ensinamentos, paciência, dedicação e tempo gasto comigo, sou extremamente grata.

À amiga **Luara**, pela graça de ter te conhecido na especialização e por todo companheirismo, atenção, amizade e por me hospedar em sua casa na cidade de Bauru, para a realização do trabalho.

Aos colegas de mestrado, **Glenda, Talissa, Laís, Amanda, Bruna, Mariana, Carla, Camila, Larissa, Humberto e Rafael**, pela amizade e convívio agradável e respeitoso.

À minha **família**, em especial meus queridos e amados pais, **Orildo Canali e Ana Maria Furquim Canali**, pela total dedicação, amor e carinho e, acima de tudo, muita compreensão com o meu nervosismo, irritação e ausência durante o desenvolvimento deste trabalho, todos os meus valores e aprendizados foi devido a vocês pelos ensinamentos e educação. Aos meus irmãos, **Rafael e Clarissa**, pelo total companheirismo, paciência, ajuda e atenção que me deram em todos os momentos necessários.

A todos os meus grandes **Amigos**, alguns que já conheço de longa data, e principalmente aqueles que passaram por todas as alegrias e dificuldades durante todo o meu percurso, deixo aqui minha eterna gratidão e carinho a todos.

À minha **calopsyta Tita**, pelos momentos de alegria e distração.

“Se a tranquilidade da água permite refletir as coisas, o que não poderá a tranquilidade do espírito?”

Chuang Tzu

CANALI, Lyz Cristina Furquim. **A interferência do sangue e soro fisiológico na solubilidade, pH e componente iônico das obturações retrógradas de MTA branco Ângelus®**. 2015. 79p. Dissertação (Mestrado em Odontologia Integrada). Universidade Estadual de Maringá.

RESUMO

A contaminação por sangue e fluídos teciduais do agregado trióxido mineral (MTA) é usual em ambiente clínico no qual a umidade está sempre presente. Objetivo de investigar a interferência do MTA branco quando em contato com sangue e soro fisiológico, verificando alterações na solubilidade, nível de pH e composição iônica. Um incisivo central superior permanente foi moldado com silicona de adição e confeccionado o molde, reproduziu-se 30 espécimes de raiz do dente em resina acrílica, realizado apicectomia de 3 mm e a obturação retrógrada com o MTA Angelus® (Angelus, Londrina-Pr, Brasil) divididos em 03 grupos inseridos em eppendorfs. O grupo 1 foi o grupo controle (GC), com 10 espécimes sem exposição à líquidos. Os grupos 2 e 3 foram os experimentais, com 10 espécimes cada um, tendo sido adicionado 1 ml de soro fisiológico grupo 2 (GE-SF) e, 1ml de sangue humano fresco no grupo 3 (GE-S). Analisados a solubilidade, através do escaneamento com Micro CT, o nível de pH, com o medidor, e a composição iônica por EDS, nos tempos de 24 horas e após 168 horas. O GE-SF foi o que apresentou maior solubilidade, em seguida o GC e por fim o GE-S, não houve diferença estatisticamente significativa. Potencial hidrogênico (pH), observou-se que comparando o período inicial com o após 168 horas todos os grupos apresentaram um pH ainda mais alcalino. Na comparação entre os grupos notou-se uma diferença estatisticamente significativa entre: GE-SF x GC e GE-S x GC. Na composição iônica o Cálcio (Ca) encontrou-se com maior concentração, o GE-SF favoreceu maior liberação de íons hidroxila. Concluiu-se que o MTA Angelus® em contato com sangue e soro fisiológico não apresentaram interferência quanto à solubilidade e pequenas variações na composição iônica.

Palavras-chave: Propriedades físicas e químicas. Material Teste. MTA.

CANALI, Lyz Cristina Furquim. **Interference of blood and saline solution in solubility, pH and ionic component of retrograde fillings of white MTA Angelus®**. 2015. 79 p. Dissertation (Master Integrated Dentistry). State University of Maringá.

ABSTRACT

The contamination by blood and tissue fluids of mineral trioxide aggregate (MTA) is usual in clinical environment in which moisture is always present. Aims to investigate the interference of white MTA when in contact with blood and saline, verifying changes on the solubility, pH level and ionic composition. A permanent maxillary central incisor was framed with vinyl polysiloxane and confectioned the mold, it reproduced 30 specimens of the tooth root in acrylic resin, apicoectomy performed 3 mm and retrograde obturation with MTA Angelus (Angelus, Londrina-Pr, Brazil) and divided into 03 groups placed in Eppendorf tubes. The first group was the control group (CG), with 10 specimens without liquids exposure. Groups 2 and 3 were experimental, 10 specimens each, have been added 1 ml saline group 2 (GE-S) and group 3 (GE-B), 1 ml of fresh human blood. Analyzed the solubility, with Micro CT scanning, the level of Hp, with measurer, and ionic composition by EDS, at 24 hours and after 168 hours. The GE-B showed the highest solubility, then CG and finally the GE-S, there was no statistically significant difference. Hidrogênico potential (Hp), it was observed that comparing the initial period with after 168 hours all groups showed a more alkaline Hp. Comparison among the groups is noticed a statistically significant difference between: GE-B x CG and GE-S x CG. In ionic composition the Calcium (Ca) founded with greater concentration, the GE-B favored greater release of hydroxyl ions. It concludes that the MTA Angelus in contact with blood and saline showed no interference in the solubility and small variations in the ionic composition.

Keywords: Physical and chemical properties. Test material. MTA.

LISTA DE ILUSTRAÇÃO

Figura 1 –	Apresentação comercial do MTA branco Angelus® (Angelus, Londrina-Pr, Brasil).....	37
Figura 2 –	Espécime em acrílico, após a reprodução do dente.....	38
Figura 3 –	Apicectomia de 3mm com disco de aço em baixa-rotação.....	39
Figura 4 –	Cavidade retrógrada de 3mm, com broca carbide № 2 em alta-rotação.....	39
Figura 5 –	Eppendorf preparado com algodão + Hemospon para receber o espécime..	40
Figura 6 –	Grupo 1 GC sem exposição de líquidos.....	40
Figura 7 –	Grupo 2 GE-SF com exposição ao soro fisiológico.....	41
Figura 8 –	Grupo 3 GE-S com exposição ao sangue.....	41
Figura 9 –	Scanner Raios-X Microfocus CT.....	43
Figura 10 –	Imagens da digitalização por Micro-CT.....	43
Figura 11 –	Medidor de pH.....	44
Figura 12 –	Espécime para análise da microestrutura com 2 mm.....	44
Figura 13 –	Representação do microscópio de varredura.....	45
Tabela 1 –	Média e desvio padrão da solubilidade entre os grupos GC, GE-SF, GE-S.....	46
Gráfico 1 –	Representação gráfica de % entre os grupos de solubilidade.....	47
Tabela 2 –	Comparação entre os grupos através do teste Tukey da solubilidade.....	47
Figura 14 -	Reprodução de imagem 3D dos grupos GE-SF, GC, GE-S.....	48
Gráfico 2 –	Representação gráfica do pH inicial e após 7 dias de imersão em água ultrapura.....	49
Tabela 3 –	Média e desvio padrão do pH entre os grupos.....	49
Gráfico 3 –	Representação gráfica em % do pH entre os grupos.....	49
Tabela 4 –	Comparação do pH pelo teste Tukey entre os grupos.....	50
Tabela 5 –	Composição iônica em % dos grupos analisados em EDS.....	51

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ANOVA	Análise de Variância
COPEP	Comitê Permanente de Ética em Pesquisas com Seres Humanos
EDS	Espectroscopia de Energia Dispersiva
FOB	Faculdade de Odontologia de Bauru
G	Gramas
GC	Grupo Controle
GE-SF	Grupo Experimental Soro Fisiológico
GE-S	Grupo Experimental Sangue
H	Horas
IRM	Material Restaurador Intermediário
KV	Kilovolt
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
ml	Mililitros
Mm	Milímetros
MTA	Agregado Trióxido Mineral
pH	Potencial Hidrogênico
Pr	Paraná
ROI	Region of Interest – área de interesse
UEM	Universidade Estadual de Maringá
USP	Universidade de São Paulo

LISTA DE SÍMBOLOS

®	Marca Registrada
%	Porcentagem
C	Carbono
N	Nitrogênio
O	Oxigênio
Mg	Magnésio
Al	Alumínio
Si	Silício
P	Fósforo
S	Enxofre
Ca	Cálcio
Fe	Ferro
Bi	Bismuto

SUMÁRIO

1	CONTEXTUALIZAÇÃO.....	14
2	REVISÃO DA LITERATURA.....	17
3	OBJETIVOS.....	35
4	MATERIAL E MÉTODOS.....	36
4.1	Delineamento do estudo.....	36
4.2	Material.....	36
4.3	Preparo dos espécimes.....	37
4.4	Determinação da Solubilidade e do pH.....	42
4.5	Determinação da composição iônica por Espectroscopia de energia dispersiva (EDS).....	44
4.6	Análise Estatística.....	45
5	RESULTADOS.....	46
5.1	Análise da Solubilidade.....	46
5.2	Análise do Potencial Hidrogênico (pH).....	48
5.3	Análise da Composição iônica por EDS (espectroscopia de energia dispersa).....	50
6	DISCUSSÃO.....	52
6.1	Da Metodologia.....	52
6.2	Dos Resultados.....	56
7	CONCLUSÃO.....	62
	REFERÊNCIAS.....	63
	ANEXOS.....	71
	ANEXO A.....	72
	ANEXO B.....	76

1. CONTEXTUALIZAÇÃO

Em meados de 1992, na busca de um material ideal para ser utilizado em obturações retrógradas e perfurações, começou-se um estudo, liderado pelo Professor Mahmoud Torabinejad, sobre o material denominado Agregado de Trióxido Mineral, o MTA, que consiste em um composto principalmente de óxido de cálcio. O MTA foi desenvolvido na Universidade de Loma Linda (USA), com o principal objetivo de selar as áreas de comunicação do interior do dente com o exterior. Esse material, antes de ser lançado no comércio, foi objeto de uma série de trabalhos de investigação. Assim, foi observado que ele era portador de qualidade seladora superior à do amálgama e do Super-EBA e que essa qualidade seladora não era comprometida quando as paredes da cavidade estavam contaminadas pela presença de sangue. Essa última observação é particularmente importante quando se objetiva empregar esse material em cirurgias parodontodônticas e pulpotomias (TORABINEJAD, M.; HIGA R.K.; MCKENDRY D.J.; PITT FORD T.R., 1994; e TORABINEJAD M.; WATSON T.F.; PITT FORD T.R., 1993).

O MTA, primeiramente cinza, foi introduzido no campo da Endodontia em 1993, como material obturador apical e para reparo de perfurações laterais. Foi demonstrado o reparo de lesões periapicais após cirurgias perirradiculares com obturação apical com o MTA cinza. Foi usado em numerosas aplicações clínicas, como o tratamento de ápices imaturos, capeamento pulpar direto, pulpotomia e reparo de qualquer tipo de perfuração lateral e de furca que não estivesse exposta ao meio bucal. Uma das principais razões para introduzir o MTA branco como um substituto para o MTA cinza foi fornecer um matiz mais parecido com a cor dos dentes, diferente do contraste da cor cinza. O MTA branco foi criado pela exclusão dos componentes de ferro, não contém partículas tão grandes como o MTA cinza e, com isso, melhoram-se suas propriedades de manipulação clínica e possui diferenças no aluminato de cálcio em menor quantidade (TORABINEJAD, M. et. al, 1995; ASGARY, S. et. al., 2005; CAMILLERI, J. et. al. 2005).

Reyes-Carmona et.al. (2009) relataram que o agregado de trióxido mineral (MTA) é o material mais indicado para selar as comunicações entre o sistema de canais radiculares e o periodonto. O MTA é o material odontológico usado em Endodontia que apresenta o maior número de pesquisas na última década.

Vários estudos evidenciam a utilização do MTA na Odontologia, em uma extensa variedade de aplicações clínicas, especialmente como material de obturação retrógrada nas

cirurgias parentodônticas. Durante sua utilização em cirurgia parentodôntica, pulpotomia, perfuração radicular e em apificação ocorrem o contato do MTA com o sangue e fluídos teciduais. O sangue, em contato com o material obturador, fica incorporado no MTA e essa contaminação poderia ter algum efeito prejudicial sobre as suas propriedades físicas. E, em nível de microestrutura, a contaminação do MTA por sangue pode resultar na ausência de certos tipos de cristais e componentes químicos, o que pode explicar a alteração em suas propriedades físico-químicas (NEKOOFFAR, STONE e DUMMER, 2010; SHAKOUIE et al., 2012). Diante disso, o MTA-Ângelus[®] (Londrina – PR, Brasil), o único comercializado no Brasil, ainda não foi testado para verificar se há interferência do sangue, soro fisiológico quanto à solubilidade, pH e componente iônico quando em situação clínica especialmente nas obturações retrógradas.

O MTA é um material apresentado na forma de pó, disponível nas versões branco ou cinza, composto por partículas finas hidrofílicas (SAGHIRI et al. 2011), cujos componentes principais são silicato tricálcico, silicato dicálcio, aluminato tricálcico, óxido tricálcico e óxido de silicato, originados a partir do cimento Portland (FORMOSA, MALLIA, CAMILLERI, 2012) que, em contato com a água, produz uma reação química exotérmica de cristalização de produtos hidratados, ganhando assim resistência mecânica. Há também pequenas quantidades de óxidos de outros minerais que atribuem propriedades físicas e químicas ao agregado, especialmente óxido de bismuto que atribui radiopacidade.

Um material ideal para obturação retrógrada deve fornecer propriedades físicas, químicas e biológicas adequadas. Entre as propriedades físicas, a solubilidade deve ser inferior a 3% (ADA 57/2000). O MTA apresenta baixa ou quase nenhuma solubilidade, o que é atribuível à adição do óxido de bismuto (RAO, et. al. 2009; e PARIROKH M, TORABINEJAD M. 2010). Assim como o pH alcalino, que é uma propriedade química de importância, porque pode ajudar a reparar, estimulando o processo de mineralização (HOLLAND et. al. 2002). O material não deve irritar os tecidos locais (TORABINEJAD, PITT FORD 1996, BODRUMLU 2008). O MTA satisfaz a maioria destas exigências (TORABINEJAD et al. 1995 a, b, c, 1997, TORABINEJAD e PITT FORD 1996, ESTRELA et al. 2000).

A solubilidade de um cimento de preenchimento da raiz é indesejável porque a dissolução do material pode permitir a infiltração bacteriana, comprometendo o tratamento. Normalmente, especificações ISO 6876 (FRIDLAND e ROSADO 2005, VIVAN et al. 2010) ou ANSI/ADA 57/2000 (HUNGARO DUARTE et al. 2012) são adotadas para determinar a solubilidade. No entanto, como proposto no estudo de Cavenago (2014), uma nova

metodologia foi realizada para avaliar a solubilidade volumétrica do MTA, usando microtomografia computadorizada para produzir os dados volumétricos, sendo que essa nova metodologia melhor simula a situação clínica.

Alguns estudos como os de Nekoofar (2010), relataram a influência dos efeitos da contaminação por sangue humano fresco puro sobre a resistência à força de compressão e microestrutura de superfície do MTA (Pro-Root[®]). Também foi avaliado o efeito do sangue humano e do soro sobre a microdureza e microestrutura de superfície do MTA branco e cinza, em curto e em longo prazo. Além disso, usaram o MTA (Pro-Root[®]) que em sua composição possui o sulfato de cálcio onde retarda o tempo de presa que se dá por volta de 3h, se diferencia do MTA branco Angelus[®] que não possui em sua composição o sulfato de cálcio e seu tempo de presa é de apenas 15 minutos. Portanto, verifica-se que não há estudos existentes quanto ao aspecto que propomos em nosso estudo, em que objetiva-se investigar a interferência do sangue e soro fisiológico em contato com o MTA branco Angelus[®] (Angelus, Londrina-Pr, Brasil) verificando possíveis alterações nas suas propriedades, quanto à solubilidade (análise volumétrica), utilizando-se do Micro CT, avaliação do nível de pH e sua composição iônica, por espectroscopia de energia dispersiva (EDS).

2 REVISÃO DA LITERATURA

Em meados de 1992, na busca de um material ideal para ser utilizado em obturações retrógradas e perfurações, começaram estudos, liderados pelo Professor Mahmoud Torabinejad, do material denominado Agregado de Trióxido Mineral, o MTA, que consiste em um composto principalmente de óxido de cálcio. O MTA foi desenvolvido na Universidade de Loma Linda (USA), com o principal objetivo de selar as áreas de comunicação do interior do dente com o exterior. Esse material, antes de ser lançado no comércio, foi objeto de uma série de trabalhos de investigação. Assim, foi observado que ele era portador de qualidade seladora superior à do amálgama e do Super-EBA e que essa qualidade seladora não era comprometida quando as paredes da cavidade estavam contaminadas pela presença de sangue. Essa última observação é particularmente importante quando se objetiva empregar esse material em cirurgias perirradiculares (TORABINEJAD, M.; HIGA R.K.; MCKENDRY D.J.; PITT FORD T.R., 1994; TORABINEJAD M.; WATSON T.F.; PITT FORD T.R., 1993).

O MTA, primeiramente cinza, foi introduzido no campo da Endodontia em 1993, como material obturador apical e para reparo de perfurações laterais. Foi demonstrado o reparo de lesões periapicais após cirurgias perirradiculares com obturação apical com o MTA cinza. Foi usado em numerosas aplicações clínicas, como o tratamento de ápices imaturos, capeamento pulpar direto, pulpotomia e reparo de qualquer tipo de perfuração lateral e de furca que não estivesse exposta ao meio bucal. Uma das principais razões para introduzir o MTA branco como um substituto para o MTA cinza foi fornecer um matiz mais parecido com a cor dos dentes, diferente do contraste da cor cinza. O MTA branco foi criado pela exclusão dos componentes de ferro; não contém partículas tão grandes como o MTA cinza e, com isso, melhoram-se suas propriedades de manipulação clínica (TORABINEJAD, M. et. al, 1995; ASGARY, S. et. al., 2005; CAMILLERI, J. et. al. 2005).

Torabinejad et. al. (1995) observaram que numerosos compostos têm sido usados como materiais de obturação radicular. Em um estudo, investigaram o MTA como material obturador em dentes de cães, para examinar a resposta do tecido perirradicular de cães com MTA e amálgama. Obteve-se que obturações retrógradas realizadas com MTA mostravam menor inflamação e maior fibrosamento que o amálgama. Além disso, a presença de cimento neoformado na superfície do MTA também foi mais frequente. Os resultados mostraram que o MTA pode ser utilizado como material de obturação radicular. Os autores concluíram que o

MTA é provavelmente capaz de ativação de cementoblastos para produzir matriz de cimento. Isso pode, eventualmente, ser causado por sua capacidade de vedação, o seu elevado pH, ou a liberação de substâncias que ativam cementoblastos a estabelecer uma matriz para cementogênese. O MTA não impediu a regeneração dos tecidos dentais, bem como ósseos quando utilizado como material de obturação radicular.

Paralelamente, Torabinejad et. al. (1995), em um estudo de citotoxicidade, encontraram que o MTA era menos citotóxico do que o IRM e o Super-EBA, assim como em uma pesquisa sobre as propriedades físicas e químicas determinando a composição química, o pH, a radiopacidade do MTA, tempo de presa, resistência à compressão, e a solubilidade deste material com as do amálgama, Super-EBA, e materiais restauradores intermediários (IRM). Os materiais retrobturadores estão normalmente em contato com tecidos, fluidos perirradiculares até que sejam cobertos ou com tecido conjuntivo fibroso ou cimento. Clinicamente, os materiais de obturação radicular são biocompatíveis com boa capacidade de vedação e devem gerar pouca ou nenhuma resposta inflamatória em tecidos pararendodônticos e estimular a formação de tecido conjuntivo fibroso e, se possível, cimento recobrando a extremidade radicular. O desgaste mecânico, um fator importante na restauração coronária, não é um fator significativo na erosão de materiais retrobturadores. Com base nos resultados deste estudo, o MTA tem propriedades físicas adequadas para uso como material de obturação radicular. Os autores concluíram que as moléculas principais presentes no MTA são os íons de cálcio e de fósforo. Além disso, o MTA tem um pH inicial de 10,2, que se eleva a 12,5, três horas após a mistura. O MTA é mais radiopaco que o Super-EBA e IRM. O Amálgama teve o menor tempo de endurecimento (4 min) e o MTA o mais longo (2 h 45 min). Ao fim de 24 h, o MTA teve a menor resistência à compressão com 40 MPa entre os materiais, mas aumentou depois de 21 dias para 67 MPa. Finalmente, com exceção para o IRM, nenhuns dos materiais testados apresentaram qualquer solubilidade sob as condições deste estudo.

Ainda em 1995, Torabinejad et. al., realizaram uma investigação comparativa da adaptação marginal do MTA e outros materiais de obturação radicular, amálgama, Super-EBA e IRM, analisados por microscópico eletrônico de varredura. Os autores concluíram, comparando os tamanhos das lacunas entre os materiais retrobturadores e sua dentina circundante, que o MTA tem a melhor adaptação e vedação em comparação com amálgama, Super-EBA e IRM.

Quando as tentativas de tratamento endodôntico de forma não cirúrgicas se revelarem em insucesso ou forem contraindicadas, a terapia endodôntica cirúrgica é necessária para salvar o dente. O procedimento geralmente consiste de exposição da área envolvida, a

ressecção da extremidade da raiz, a preparação da cavidade retrógrada e a inserção dos materiais de obturação. Os autores concluíram que os estudos mostram e apoiam o desenvolvimento do MTA para utilização como um material de obturação radicular em humanos. Concluíram ainda que, quando comparados aos outros materiais, é o material que apresenta as melhores propriedades físicas e químicas e a melhor biocompatibilidade. (TORABINEJAD, M.; FORD, T. R. P., 1996). Diante disso, Torabinejad et. al. (1997) realizaram a avaliação histológica do MTA como material de obturação radicular em macacos. Examinaram a resposta perirradicular do tecido de macacos com MTA e amálgama como obturação radicular. Os resultados não mostraram inflamação perirradicular ao lado de cinco das seis pontas obturados com MTA. Observaram ainda que cinco de seis extremidades obturados com MTA tinham uma camada completa de cimento, todas as extremidades obturadas com amálgama apresentaram inflamação perirradicular e não houve a formação de cimento. Com base nestes resultados e investigações anteriores, concluíram que o MTA é recomendado como um material de obturação radicular em humanos.

Torabinejad e Chivian (1999) identificaram as aplicações clínicas do MTA, que tinha sido investigado como um material de alto potencial sendo uma alternativa dos materiais até então utilizados na Endodontia para determinados procedimentos. Vários estudos *in vitro* e *in vivo* mostraram que o MTA evita infiltração, é biocompatível, e promove a regeneração dos tecidos originais quando é colocado em contato com a polpa do dente ou tecidos parodontodônticos. O MTA deve ser preparado imediatamente antes do seu uso. O MTA em pó deve ser mantido em recipiente com tampa e longe da umidade. O pó deve ser misturado com água estéril a uma razão de 3: 1 em uma placa de vidro ou papel, com o auxílio de espátulas de plástico ou de metal. Se a área de aplicação é muito molhada, a umidade extra pode ser removida com um pedaço de gaze seca ou espuma. Nos casos em que a mistura é muito seca, mais água pode ser adicionada. O MTA requer a umidade para definir a presa, deixando-se a mistura sobre uma placa de vidro ou papel irá resultar em desidratação do material e de uma mistura de areia seca. O uso do MTA é indicado nas seguintes situações: capeamento pulpar e pulpotomias, em dentes com ápices imaturos quando as polpas dentárias estão expostas, e a vitalidade pulpar deve ser mantida, estes procedimentos são contraindicados em dentes com sinais e sintomas de pulpíte irreversível. A barreira apical em dentes com ápices imaturos. O tampão apical está indicado em dentes com polpas necróticas e ápices abertos. Adequado para a reparação de perfuração. A reparação das raízes é indicada após perfuração durante tratamento de canal, preparo para pino, ou como consequência de reabsorção interna. Isto pode ser conseguido através da cavidade de acesso (reparação intracanal) ou por intervenção

cirúrgica (reparação extra-coronária). A colocação de materiais retrobturadores é indicada para evitar a penetração de substâncias irritantes do sistema de canal radicular para os tecidos perirradiculares.

Holland et al. (2002) realizaram um estudo do MTA: composição, mecanismo de ação, comportamento biológico e emprego clínico. O MTA mostrou excelentes resultados biológicos quando empregado diretamente sobre a polpa dental, em obturações de canal e em cirurgias parendodônticas. A resposta tecidual usualmente é caracterizada por neoformação de tecido duro, depositado em contato direto com o material, e por ausência de infiltrado inflamatório. O mecanismo de ação do MTA mostrou ser semelhante ao já descrito para o hidróxido de cálcio. A composição, quanto o comportamento tecidual do MTA, é semelhante ao do cimento Portland. Os autores concluíram que a introdução do MTA na Odontologia constituiu-se num grande avanço, principalmente para solucionar o angustiante problema das trepanações radiculares. As outras aplicações, tais como obturações de canal de dentes com ou sem rizogênese incompleta, proteção direta da polpa dental (capeamento e pulpotomia) e mesmo as obturações retrógradas, constituem situações clínicas que vêm sendo solucionadas de modo satisfatório também com outros materiais. No entanto, o êxito obtido com esses outros materiais junto à polpa e tecidos periapicais não vinha sendo reproduzido no caso de trepanações radiculares. O MTA, portanto, preenche essa lacuna. Observou-se que o material exibe um bom comportamento biológico, caracterizado pelo estímulo à neoformação de tecido duro, aliado à usual ausência de infiltrado inflamatório.

O MTA é um pó constituído por partículas finas e hidrofílicas definidas na presença de umidade. É composto principalmente por partículas de silicato tricálcico, aluminato tricálcico, silicato dicálcico, aluminato férrico tetracálcico, óxido de bismuto e sulfato de cálcio dihidratado. O tempo de endurecimento do material situa-se entre três e quatro horas. O MTA é um cimento altamente alcalino, com um pH de 12.5. Este pH é muito semelhante ao de hidróxido de cálcio. O material tem uma baixa resistência à compressão, por isso não pode ser usado em áreas funcionais. Outras características do MTA é a baixa solubilidade e a maior radiopacidade do que a dentina. Além disso, o MTA mostrou boa biocompatibilidade e uma excelente capacidade de vedação, boa adaptação marginal, capacidade antibacteriana, indução a formação de tecido duro e facilita simultaneamente a regeneração do ligamento periodontal (MIÑANA-GÓMEZ, M., 2002).

Fridland e Rosado (2003) avaliaram a solubilidade e a porosidade do MTA com diferentes proporções de água e pó. O estudo também determinou a composição química dos sais dissolvidos por MTA. Quatro conjuntos de amostras utilizando as seguintes proporções

de água X pó foram preparados: 0,26 0,28, 0,30, e 0,33 gramas de água por grama de cimento. A última é a proporção recomendada pelo fabricante. Conclui-se que o grau de solubilidade e a porosidade aumentaram à medida que a proporção de água X pó aumentou. Foram encontradas diferenças significativas entre os conjuntos de amostras. A análise química dos sais dissolvidos por MTA na água identificaram a presença de cálcio, tal como o composto químico principal. O nível de pH da solução apresentou-se altamente alcalina, variando entre 11,94 e 11,99. Pode afirmar-se que o cálcio encontrado na solução deve estar no seu estado de hidróxido a este nível elevado de pH. Esta capacidade de liberar o hidróxido de cálcio pode ter significado clínico, pois poderia estar relacionada com a capacidade comprovada de MTA para induzir a mineralização. Este estudo demonstrou que o material endurecido obtido quando a mistura de MTA e água forma uma matriz porosa sob estas condições de ensaio. Esta matriz retém uma fração solúvel, capaz de ser transferido para um ambiente aquoso. Os autores concluíram que o hidróxido de cálcio foi o principal composto do MTA na água. Observou-se também que, dentro das proporções de água x pó deste estudo, tanto solubilidade e porosidade mostram uma tendência para um aumento significativo que se segue à quantidade de água utilizada quando se prepara a mistura.

Sarkar et al. (2005) avaliaram a base das propriedades físicas e biológicas do MTA. Caracterizam-se as interações do MTA com um tecido fluido sintético de uma solução salina neutra com tampão de fosfato no canal radicular em dentina de dentes humanos extraídos. Usaram em sua metodologia espectroscopia de emissão de plasma indutivamente acoplado – atômica e microscopia eletrônica de varredura, a análise de energia dispersiva de raios x e difração de raios x. Os autores concluíram que o cálcio (Ca) é o íon dominante liberado do agregado trióxido mineral, reage com fosfatos em tecido fluido sintético, produzindo hidroxiapatita. A capacidade de selamento, biocompatibilidade e atividade dentinogênica do agregado trióxido mineral é atribuída a essas reações físico-químicas.

Fridland, Rosado e Eng (2005) realizaram um estudo de longo prazo da solubilidade do MTA. Avaliaram a quantidade de material solúvel lançado pelo MTA a um meio de água, para determinar se as diferenças de solubilidade entre exemplares de diferentes relações água /pó, seria mantida ao longo do tempo, e para medir o pH da água que estava em contato com as amostras. As amostras foram processadas em 0,28 e 0,33 de água / pó de proporções, e imerso em água de acordo com a norma ISO 6876. O teste foi realizado periodicamente, durante um período de 78 dias. A proporção de 0,28 seria capaz de dissolver a 22,06% da sua massa, enquanto que a razão de 0,33 iria dissolver 31,095 %. Verificaram que diferentes valores de solubilidade, para diferentes proporções de água / pó, não são apenas mantidos,

mas ligeiramente aumentados ao longo do tempo. Para a relação de 0,28, o pH médio da água em contato com as amostras foi de 11,88 para as primeiras 24 h, e ao longo do estudo variou entre 11,57 e 11,60. Da mesma forma, para a relação de 0,33, que era 11,95 para as primeiras 24 h, com um intervalo entre 11,65 e 11,72. Os autores concluíram que o MTA é capaz de liberar parcialmente a sua fração solúvel em meio aquoso, durante um longo período de tempo com uma taxa decrescente. É de se notar que o pH elevado, que variou entre 11,00 e 12,00, foi mantido em meio aquoso ao longo de todo o estudo.

O agregado de trióxido mineral – MTA - Branco (Ângelus - Ind. Com. Ltda, Br.) é um material nacional para uso na clínica endodôntica, que apresenta custo inferior a outros cimentos MTA disponíveis no mercado. Como pouco se sabe de seus efeitos sobre células pulpares, Frederico et. al. (2006) analisaram da citotoxicidade do agregado de trióxido mineral (MTA-Branco) em cultura de odontoblastos MDPC-23 e a influência dos tempos de presa e do armazenamento do material em meio líquido. A análise da morfologia celular em microscopia eletrônica de varredura (MEV) mostrou não haver diferenças entre os grupos experimentais e controles. Os autores concluíram que o tempo de presa e o de armazenamento do MTA-Branco em líquido não interferem negativamente no metabolismo celular, caracterizando o insignificante efeito citotóxico do material.

Camilleri e Pitt (2006) estudaram os componentes e propriedades biológicas do agregado trióxido mineral e observaram que o MTA é biocompatível. Observaram ainda que se tem, no entanto, uma falta de conhecimento e compreensão sobre os constituintes do material e sua interação com os tecidos circundantes. Recentes estudos sobre os componentes químicos esclareceram que o MTA é um cimento de silicato, e não uma mistura de óxido.

Danesh (2006) realizou a comparação da solubilidade, dureza e radiopacidade do MTA ProRoot[®] com dois cimentos Portland (PC: CEM I e CEM II). A solubilidade: para amostras padronizadas (n¹/412 / grupo) e moldes em anel foram preenchidos com os cimentos. Estas amostras foram imersas em água destilada duas vezes durante 1 min, 10 min, 1 h, 24 h, 72 h e 28 dias. Foi determinada a perda média de peso. Para a análise da dureza foram produzidas cinco amostras de cada cimento. Todas as amostras foram carregadas com uma ponta de penetração de diamante com um peso de 100 g durante 30 s. Para a radiopacidade foram produzidas cinco amostras por cimento. Estas amostras foram testadas de acordo com as normas ISO para comparar a radio densidade ao de uma escala de alumínio (1-9 mm). Os autores concluíram que o Mineral Agregado Trióxido exibiu as propriedades dos materiais superiores aos dos cimentos Portland. Os cimentos Portland CEM I e CEM II foram significativamente mais solúveis, atingiram menores valores de microdureza e eram menos

radiopacos que o MTA ProRoot®. Estas diferenças nas propriedades dos produtos analisados podem ser explicadas pelas diferenças na composição química. No que diz respeito a essas propriedades, é questionável se ProRoot® MTA pode simplesmente ser substituído pelo cimento Portland mais barato para o tratamento endodôntico, como recomendado em diversas publicações (WUCHERPFENNING, GREEN 1999, SAIDON et al. 2003, MENEZES et al. 2005, DUARTE et al. 2005, RIBEIRO et al. 2005).

Islam, Chng e Yap (2006) compararam as propriedades físicas e mecânicas do MTA e cimento Portland quanto ao pH, solubilidade, radiopacidade, mudança dimensional, ajuste do tempo de presa e resistência à compressão do Pro-Root® MTA (PMTA) (Dentsply Tulsa Dental), MTA branco (WMTA) (Dentsply Tulsa Dental), cimento Portland comum (OP) (Asia cimentos Pte. Ltd., Singapura) e cimento Portland branco (WP) (Asia cimentos Pte. Ltd.). O pH de WP e OP foram considerados maiores do que de PMTA e WMTA. WP e OP mostraram menor radiopacidade. WP e WMTA mostraram significativamente mais rápidos do que o tempo de OP e PMTA. O WMTA também mostrou significativamente maior solubilidade do que os outros cimentos. Apesar de não haver diferença significativa na solubilidade de OP e WP, estes dois cimentos mostraram uma maior solubilidade do que PMTA. WMTA e PMTA também mostraram alteração dimensional significativamente menor do que WP e OP. Os valores de resistência à compressão de PMTA e WMTA foram também maiores do que os cimentos Portland aos 28 dias. Os resultados sugeriram que o cimento Portland tem o potencial de ser desenvolvido como um material de obturação radicular. No entanto, algumas modificações para o material e de testes extensivos subsequentes terão de ser realizados para assegurar que o material resultante satisfaça os requisitos de dispositivos médicos estabelecidos pela FDA. Os métodos para melhorar o tempo de endurecimento e a resistência à compressão podem ser explorados. Isso pode levar à aplicação clínica do cimento Portland, incluindo o uso como um material de restauração coronal.

Por outro lado, Reiss-Araújo et al. (2008) realizaram o estudo histológico comparativo entre o MTA e o cimento Portland com os dados da observação histológica. Em sua metodologia foi utilizado microscópio de luz para avaliação das alterações que afetam o tecido conjuntivo em ratos. Através deste estudo os autores concluíram que o MTA induziu uma reação inflamatória menor que o cimento Portland, sendo os resultados histológicos similares entre os cimentos, e que a utilização do cimento Portland pode ser considerada.

Enquanto Poggio et. al. (2007) realizaram um estudo comparativo da solubilidade dos materiais de obturação radicular, em que testaram a solubilidade de 3 materiais de obturação radicular (IRM, ProRoot®, e Superseal®) e um cimento endodôntico (Argoseal®), utilizado

como controle positivo de obturação. O teste foi realizado de acordo com a International Standards Organization 6876 padrão e da American Dental Association especificação #30. A solubilidade foi determinada após 24 horas e 2 meses. Todos os materiais de obturação retrógrada foram de baixa solubilidade. IRM, Superseal[®] e ProRoot[®] são praticamente insolúveis. Dentro da limitação deste estudo *in vitro*, as obturações radiculares estudadas apresentaram solubilidade mínima, que é uma importante propriedade física dos materiais de obturação radicular.

Roberts et. al. (2008) identificaram que os materiais MTA são derivados de um composto do cimento Portland e têm demonstrado serem materiais de reparação biocompatível. Os autores concluíram que as propriedades físicas, a capacidade de vedação, biocompatibilidade, e o desempenho clínico de materiais MTA têm sido discutidos. Materiais de MTA apareceram não só para demonstrar um comportamento aceitável biocompatível, mas também exibem aceitável desempenho biológico, quando utilizado para obturação radicular, reparos de perfuração, capeamento pulpar e pulpotomia e tratamento de apicificação. Relatórios sugerem fortemente que o desempenho biológico favorável exibido pelo MTA é devido à formação de hidroxiapatita, quando estes materiais são expostos a soluções fisiológicas.

Namazikhah et. al. (2008) realizaram um estudo do efeito do pH sobre a dureza da superfície e da microestrutura do agregado trióxido mineral. Avaliaram a microdureza superficial do MTA após a exposição de sua superfície a uma gama de ambientes ácidos durante a hidratação. Além disso, as características morfológicas da microestrutura das amostras foram estudadas por MEV. Os autores concluíram que a dureza da superfície do MTA foi prejudicada em um ambiente ácido. Em termos da microestrutura interna, não houve diferenças morfológicas distintas entre os grupos. No entanto observou-se que quanto mais ácida a solução, mais extensa foi a porosidade das amostras.

Rao, Rao e Shenoy (2009) revisaram a disponibilidade, a composição, a manipulação, a reação de presa, as propriedades e aplicações clínicas do MTA na prática pediátrica. A busca por materiais mais novos são infundáveis especialmente na área de materiais dentários. O MTA é um material bom, hidrofílico, disponível em pó e é de uso único de um grama. Algumas empresas também oferecem saquinhos de água pré-medidos para facilidade de uso. MTA comercialmente disponíveis são MTA ProRoot[®] (Dentsply), MTA ProRoot[®] branco (Dentsply), MTA-Angelus[®] (Soluções Odontológicas), MTA-Angelus[®] branco (Soluções Odontológicas), MTABio[®] (Soluções Porcelanas). As maiores barreiras para o uso do MTA são custo e dificuldade de armazenamento. O custo do MTA é de aproximadamente 250 reais

o grama. O MTA é um novo material com inúmeras aplicações clínicas. Os autores concluíram que o MTA promete ser um dos materiais mais versáteis do século XX no campo da odontologia. Algumas das propriedades apreciáveis de MTA incluem suas boas propriedades físicas e sua capacidade de estimular a regeneração dos tecidos.

O tratamento de reabsorções inflamatórias apicais deve ser direcionado ao combate de infecção endodôntica. Em determinados casos, a resolução clínica por meio de tratamento endodôntico convencional pode tornar-se inexecutável em função das dificuldades de efetuar instrumentação e a obturação adequada da região apical. Nessas situações, técnicas alternativas de preparo do canal radicular e de obturação podem ser necessárias, além da instituição de tratamento cirúrgico complementar. O uso do MTA como material obturador, complementado pela cirurgia pararendodôntica, mostra-se como uma alternativa para o tratamento de dentes com reabsorção radicular apical externa (JACOBOVITZ M., PAPPEN F. G. e LIMA, R. K de P., 2009).

Steffen e Van Waes (2009) estudaram MTA e cimento Portland com relação aos achados clínicos, biológicos e mecânicos e uma possível substituição do MTA através de cimento Portland para uso endodôntico. Com isso, identificaram que MTA e cimentos Portland têm características muito semelhantes aos achados clínicos, biológicos e mecânicos adequados como material obturador. A única diferença é o óxido de bismuto no MTA adicionada para melhor radiopacidade. Portanto, parece provável que os materiais de MTA são baseados em cimentos Portland industrial misturado com o óxido de bismuto. A literatura existente proporciona uma base sólida para estudos clínicos com o cimento Portland, a fim de substituir o MTA como um material na Endodontia.

Bortoluzzi et. al. (2009) avaliaram a influência do cloreto de cálcio sobre a definição do tempo de presa, solubilidade, desintegração, e pH do Agregado Trióxido Mineral e cimento Portland branco com um radiopacificador. A adição de 10% de CaCl_2 para WMTA e WPC com um radiopacificador reduziu o tempo de presa e solubilidade de ambos, não promoveu a desintegração e aumentou significativamente o pH de WMTA no período imediato, às 24 horas e 72 horas, e de WPC no período imediato e às 24 horas.

Os materiais utilizados para fins radiculares, após cirurgias periapicais, têm certos requisitos devido às condições presentes no ápice da raiz. Devem proporcionar uma vedação duradoura apical, apesar da presença de sangue e de fluídos de tecidos. Eles não devem filtrar íons ou outros componentes que podem prejudicar a regeneração dos tecidos perirradiculares. Devem promover a formação da barreira de tecido duro. Devem ter atividade antimicrobiana, bem como evitar a fuga de microorganismos e ser adesivos à dentina, não tóxicos, não

irritantes, não carcinogênicos, não mutagênicos e biocompatíveis. Materiais comumente utilizados incluem amálgama sem zinco, IRM, Super EBA[®], ionômero de vidro, resina de ionômero de vidro modificado. O MTA tem propriedades notáveis, de acordo com as que são exigidas para obturação radicular. Um dos seus maiores problemas é ter custo muito caro, mas também tem tempo de presa e pode ser difícil de manusear, necessitando de boa técnica do cirurgião dentista (AHMED, A., SANA, S. 2009).

Mota et al. (2010), ao analisarem o MTA, disseram que foi desenvolvido como um material para obturação retrógrada com melhores propriedades químicas, físicas e biológicas do que os materiais existentes na época, como amálgama, IRM e SuperEBA[®]. Atualmente, o MTA é usado como material de preenchimento radicular no selamento apical, no reparo de perfurações e como agente de capeamento pulpar, além de ser usado como material de obturação retrógrada. Os autores concluíram que o MTA é um material obturador retrógrado bastante satisfatório do ponto de vista químico-físico-biológico, especialmente por sua biocompatibilidade e seu potencial de ação osteocondutora, osteoindutora e cementocondutor.

Na utilização clínica do MTA, está presente a contaminação do MTA por sangue e fluídos teciduais. O sangue entra em contato com o cimento, fica incorporado no MTA durante ou depois da sua colocação e essa contaminação pode ter um efeito prejudicial sobre as suas propriedades físicas. E, em nível de microestrutura, a contaminação do MTA por sangue pode resultar na ausência de certos tipos de cristais, o que pode explicar a redução na resistência à força de compressão (NEKOOOFAR, STONE e DUMMER, 2010).

Pariokh e Torabinejad (2010) analisaram o MTA em suas propriedades químicas e encontraram que o pó contém finas partículas hidrofílicas, que na presença de umidade apresentaram os componentes elementares do MTA, que são o cálcio e a sílica e óxido de bismuto. O MTA é composto principalmente de tricálcico silicato e o óxido de bismuto. O óxido de bismuto no MTA fornece sua radiopacidade. Estudos relatam que as diferenças entre os MTAs cinza e branco estão relacionadas com os diversos líquidos utilizados para misturar o pó do MTA e os vários equipamentos usados para testar a sua composição. Em suas propriedades físicas encontraram que a hidratação de pó do MTA resulta num gel coloidal, que solidifica em uma estrutura dura. A característica da mistura pode ser influenciada pelo pó/líquido, método de mistura, a pressão utilizada para a condensação, à umidade do meio ambiente. A maioria das investigações relatou baixa ou nenhuma solubilidade para MTA. Os autores concluíram que a utilização de mais água iria aumentar a liberação de cálcio do MTA. A adição de óxido de bismuto ao MTA, que é insolúvel em água, é outra causa para a insolubilidade do MTA. Os autores concluíram ainda que, 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 do material, o valor de pH da mistura líquida e da condição do MTA de armazenamento. Estudos demonstraram que a resistência à compressão do MTA é significativamente menor do que a de amálgama, IRM e Super EBA[®] após 24 horas. Contudo, após 3 semanas, não há diferença significativa entre o Super EBA[®], IRM e MTA em termos de resistência à compressão. O MTA é um material bioativo que sofre influências do seu ambiente circundante.

Nekoofar, Stone e Dummer (2010) investigaram os efeitos da contaminação por sangue humano fresco puro sobre a resistência à força de compressão e microestrutura de superfície do MTA (Pro-Root[®]). Eles relataram que quanto mais incorporado por sangue o MTA se encontra, mais reduzida será a resistência à compressão do material. E, em nível de microestrutura, a contaminação do MTA por sangue resultou na ausência de cristais aciculares, o que pode explicar a redução na resistência à força de compressão. Ao avaliarem o efeito do sangue e do soro humano sobre a microdureza e microestrutura de superfície do MTA branco e cinza, em curto e em longo prazo, verificaram que o MTA branco teve uma maior microdureza de superfície que o MTA cinza. Observaram ainda que os valores obtidos depois de 6 meses foram semelhantes àqueles depois de 4 dias. Além disso, concluíram que a contaminação por sangue teve um efeito prejudicial sobre a microdureza de superfície do MTA e causou uma mudança na sua microestrutura de superfície. Também sugerem que, devem ser realizadas tentativas para controlar o sangramento, no caso inevitável, a escolha por MTA branco pode ser mais apropriada.

Jeong et al. (2010) avaliaram as propriedades físicas e químicas do agregado trióxido mineral misturado com o cimento de ionômero de vidro. Determinaram o tempo de presa, resistência à compressão, solubilidade, e pH do MTA misturado com cimento de ionômero de vidro (CIV) e comparados as propriedades com as de MTA, GIC, IRM, e SuperEBA[®]. Os autores concluíram que o tempo de presa do MTA misturado com GIC foi melhorado em comparação com o MTA. No entanto, em outras propriedades, tais como resistência à compressão e pH, provou-se inferior ao MTA. Para ser clinicamente favorável, é necessária mais investigação para encontrar a razão de mistura apropriada, a fim de melhorar as desvantagens do MTA, sem prejudicar as vantagens pré-existentes e avaliar a biocompatibilidade.

Parirokh e Torabinejad (2010) realizaram uma análise compreensiva do MTA em três partes, onde na parte I analisaram no MTA suas propriedades químicas, físicas e antibacterianas. Um material de obturação retrógrada ideal deve selar as vias de comunicação

entre o sistema de canais radiculares e seus tecidos circundantes. Também não deve ser tóxico, carcinogênico, genotóxico, deve ser biocompatível, insolúvel nos fluidos do tecido, e dimensionalmente estável. O MTA foi desenvolvido e recomendado inicialmente porque os materiais retrobturadores existentes não têm essas "características ideais". O MTA é composto de cálcio, sílica e bismuto. Ele tem um longo tempo de presa, pH elevado, e baixa resistência à compressão. Ele possui algumas propriedades antibacterianas e antifúngicas, em função da sua relação de pó para líquido. O MTA é um material bioativo que influencia seu ambiente circundante. Em sua continuação, Torabinejad e Parirokh (2010), na análise da parte II do MTA investigaram o selamento e biocompatibilidade. O MTA foi desenvolvido porque os materiais existentes não possuem as características ideais para obturação ou obturação retrógradas. A capacidade de selamento do MTA é boa e é um material biocompatível. E, por fim, Parirokh e Torabinejad (2010), na parte III do MTA analisaram as aplicações clínicas, os inconvenientes e os mecanismos de ação. O MTA é um material promissor para obturação radicular, o fechamento da perfuração, a terapia de polpa vital, capeamento pulpar, pulpotomia e formação da barreira apical de dentes com polpas necróticas e ápices abertos. MTA tem alguns inconvenientes conhecidos, como um longo tempo de presa, de alto custo e potencial de descoloração. Cristais de hidroxiapatita formam sobre MTA quando ele entra em contato com o fluido sintético tecido. Este pode atuar como um ninho para a formação de estruturas calcificadas após o uso deste material em tratamento de canais radiculares.

Vivan et. al. (2010) avaliaram o pH, liberação de cálcio, tempo de presa, e solubilidade do MTA (MTA Angelus e MTA Bio brancos), e de três cimentos experimentais (fotopolimerizável MTA, o cimento Portland com 20% de óxido de bismuto e sulfato de cálcio a 5%, e um cimento à base de resina epóxi). Os autores concluíram que o MTA Angelus branco e o MTA Bio tiveram os menores tempos de presa, maior liberação de íons de cálcio e pH, e a maior solubilidade. Em contraste, o cimento à base de resina epóxi e fotopolimerizável MTA mostrou menores valores de solubilidade, pH e liberação de íons cálcio.

O MTA, branco e cinza, tem muito uso na terapia endodôntica, mas é limitado por suas características de difícil manejo. Porter et. al. (2010) identificaram as propriedades físicas e químicas de materiais endodônticos de nova geração, compararam as propriedades do MTA branco (WMTA) com três experimentais materiais retrobturadores: Capasio (Primus Consultoria, em Bradenton, Flórida, EUA), Ceramicrete-D (Tulsa Especialidades Odontológicas / Argonne National Laboratory, Argonne, IL), e Generex-A (Dentsply Tulsa Dental Specialties, Tulsa, OK). Os autores concluíram que o manejo clínico e resistência à

lavagem dos materiais alternativos foram muito superiores aos WMTA. A radiopacidade, resistência à compressão, resistência à lavagem para Generex-A e materiais Capasio. Ceramicrete-D foi mais fraco, menos radiopaco, e inicialmente ácido.

Borges et. al. (2010) compararam as propriedades físico-químicas dos cimentos Portland e a base de MTA e avaliaram a proporção pó-líquido, tempo de presa, solubilidade e variação do pH dos cimentos. Os cimentos estudados tiveram proporções pó-líquido similares. O MTA BIO® apresentou tempo de endurecimento mais curto e a menor solubilidade do que foi apresentada pelo ProRoot® MTA cinza. Todos os cimentos tiveram comportamento semelhante na análise do pH. É importante saber como os materiais se comportaram sobre a biocompatibilidade e atividade microbiana, e também em experiências *in vivo*, para a sinalização e de segurança adequados, quando utilizados em seres humanos. E para afirmar ainda mais os estudos, Gonçalves et al. (2010) também realizaram uma avaliação das propriedades físico-químicas dos cimentos Portland e MTA, avaliando a condutividade hidrogeniônica elétrica e potencial, bem como a quantidade de arsênico e de cálcio liberado nestes materiais. Os resultados indicaram que as propriedades físico-químicas dos cimentos Portland e MTA foram similares. Além disso, todos os materiais produzidos foram alcalinos e podem ser seguros para uso clínico.

Ainda, Silva et. al. (2010) realizaram um estudo comparativo das propriedades físicas do MTA como material de obturação radicular. Avaliaram dois cimentos MTA disponíveis comercialmente, MTA ProRoot® cinza (Dentsply-Maillefer, Switzerland, MTA-P) e MTA Angelus® (Angelus, Brazil, MTA-A). Os autores concluíram que ambos os materiais avaliados estão de acordo com as normas ISO, permitindo o seu uso como material de obturações radiculares. Ambos os materiais mostraram resultados similares para as propriedades avaliadas e estão em conformidade com a ISO 6876-2: 2001, permitindo-lhes uso como material de obturação do canal radicular. No entanto, testes biológicos e clínicos ainda são necessários para avaliar esses materiais para um amplo uso clínico.

Garcia et al. (2011) estudaram a comparação qualitativa da constituição do cimento de Portland e MTA-Angelus® através de difração de raios X. A difração de raios X tem por finalidade detectar em forma qualitativa os componentes químicos contidos em uma determinada amostra e tem sido utilizada em diversos estudos com esta finalidade. Assim este método permite a observação da semelhança de composição química do MTA-Angelus® e cimento de Portland. Diante dos elementos identificados os autores concluíram que qualitativamente o cimento de Portland e o MTA são semelhantes entre si quanto aos seus elementos químicos.

Centenaro e Palma (2011) observaram que o MTA é o material odontológico usado na Endodontia que apresenta o maior número de pesquisas na última década. Devido à sua característica hidrofílica, o MTA pode ser utilizado em meio úmido, sendo a umidade responsável pela ativação da reação química de endurecimento do material. A mistura apresenta boas propriedades para selar perfurações radiculares, pois não perde suas características em um ambiente úmido, contendo, por exemplo, sangue e saliva. Apresenta biocompatibilidade e indução a formação de tecido duro, ideal para o reparo tecidual da área afetada. Verificou-se que, o MTA apresenta uma composição muito similar ao cimento Portland acrescido de óxido de bismuto, que o deixa radiopaco. Os autores concluíram, até o presente momento, que o MTA é um material ideal para ser utilizado em selamentos de perfurações radiculares e de furca, pois apresenta resultados relevantes nos aspectos que podem fazer a diferença no reparo e selamento de uma perfuração radicular. Sua utilização acrescenta à clínica diária, principalmente do endodontista e também do clínico geral, uma possibilidade de tratamento destas situações que outrora apresentavam resultados de tratamentos com prognósticos bastante sombrios. Além disso, possibilita o incentivo de que mais pesquisas devam ser feitas para utilizá-lo também como indutor de formação óssea em regeneração tecidual guiada, especialmente na Implantodontia e Periodontia.

A solubilidade de materiais de obturação radicular é fortemente influenciada pelo ambiente em que estão em contato, com isso, Saghiri et. al. (2011) realizaram um estudo comparativo da solubilidade do MTA em várias médias. Compararam a solubilidade de ProRoot® em água deionizada e o fluido de tecido sintético. A solubilidade do MTA tecido fluido sintético foi significativamente menor do que a água deionizada após 7 e 28 dias. Detectores de elétrons secundários revelaram a presença de grumos e plaquetas nas superfícies de ambas as amostras. Além disso, mais vazios foram observados em amostras armazenadas em água deionizada. Os autores concluíram que o MTA é dissolvido mais rapidamente em água deionizada do que em fluido de tecido sintético. Apesar disso, a solubilidade deste material em ambos os meios foram aceitáveis.

Marin-Bauza et al. (2011) estudaram as propriedades físico-químicas dos cimentos endodônticos de bases diferentes, avaliaram o tempo de presa, fluxo, radiopacidade, solubilidade e alteração dimensional de diferentes cimentos de acordo com o Institute American National Standards/American Dental Association. Considerando radiopacidade, solubilidade e alteração dimensional, todas as propriedades estavam de acordo com ANSI/ADA. As análises por espectrometria mostraram que uma quantidade significativa de íons K^+ e Zn^{2+} foram liberadas dos cimentos Apexit Plus® e Endofill®, respectivamente. Como

conclusão, com exceção a alteração dimensional, todas as outras propriedades físico-químicas dos cimentos testados foram confirmadas com os requisitos das normas ANSI/ADA.

Viola et al. (2011) realizaram uma análise do MTA e do cimento Portland. Tanto MTA e cimento Portland (PC) foram destaques por causa de suas propriedades biológicas, com extensas aplicações em Endodontia, incluindo a possibilidade de usar a obturação do canal radicular. As análises revelaram as semelhanças entre as propriedades desses materiais, incluindo biocompatibilidade, indução e reparação óssea. Como conclusão os autores tiveram que o MTA e CP tem uma perspectiva promissora no uso em Odontologia e na Endodontia.

Vários estudos evidenciaram que o MTA apresenta, na Odontologia, uma extensa variedade de aplicações clínicas, especialmente como material de obturação retrógrada nas cirurgias parendodônticas (SHAKOUIE et al., 2012). O MTA, é um material apresentado na forma de pó, disponível nas versões branco ou cinza, composto por partículas finas hidrofílicas (SAGHIRI et al., 2013), cujos componentes principais são silicato tricálcico, silicato dicálcio, aluminato tricálcico, óxido tricálcico e óxido de silicato, originados a partir do cimento Portland (FORMOSA, MALLIA E CAMILLERI, 2012) que, em contato com a água, produzem uma reação química exotérmica de cristalização de produtos hidratados, ganhando assim resistência mecânica. Há também pequenas quantidades de óxidos de outros minerais que atribuem propriedades físicas e químicas ao agregado como, óxido de bismuto, que lhe atribui radiopacidade.

Rhim et al. (2012) compararam a microdureza e a morfologia de cinco materiais retrobturadores em condições aquosa e seca. Os materiais analisados foram ProRoot[®], Super EBA[®], IRM, ZOE e amálgama, e cada um manipulado de acordo com as instruções do fabricante. A maior média da dureza de superfície foi encontrada no amálgama armazenado em condição seca e para todos os materiais retrobturadores mantidos nas mesmas condições. a média foi maior que quando embebidos em água, exceto pela ZOE. Já o exame de microscopia eletrônica por varredura revelou diferenças morfológicas distintas de acordo com o tipo de material retrobturador e condições de armazenamento. Os autores concluíram que, a propriedade física do MTA é reduzida após ser armazenado em água, mas o super EBA[®] é menos influenciado por condições aquosas e que mais estudos, de longo prazo, levando em consideração a biocompatibilidade e retenção, são necessários.

Hungaro Duarte et. al. (2012) avaliaram o efeito de diferentes agentes radiopacificadores sobre as propriedades físico-químicas, analisaram pH, liberação de íons cálcio, tempo de presa, solubilidade do MTA branco (WMTA) e cimento Portland branco (WPC), combinado com os seguintes agentes radiopacificadores: óxido de bismuto (BO),

tungstato de cálcio (CT) e óxido de zircônio (ZO). A liberação de pH e cálcio foram maiores às 3 e 24 horas. WPC foi o material com os valores mais elevados para ambas às propriedades. WMTA teve a maior solubilidade entre todos os materiais. Todos os radiopacificadores aumentaram o tempo de presa do WPC, já WMTA teve o menor tempo de presa entre todos os materiais. Os autores concluíram que todos os materiais divulgados com íons de cálcio, exceto para WPC / CT às 168 horas, promoveram um pH alcalino. Com base nos resultados obtidos, ZO e CT pode ser considerado como agentes radiopacificadores potenciais para ser usado em combinação com o cimento Portland.

Ainda, seguindo a análise da influência de agentes radiopacificadores, Weckwerth et al. (2012) avaliaram o cimento Portland com os radiopacificadores óxido de bismuto (BO), carbonato de bismuto (BC), subnitrito de bismuto (BS) e óxido zircônio (ZO) na solubilidade, alcalinidade e propriedades antimicrobianas de cimento Portland branco (WPC). A adição de BS e BC aumentou a solubilidade do cimento. Os valores de pH demonstraram que todos os materiais produziram níveis alcalinos. Os materiais não apresentaram atividade antimicrobiana para *S. aureus*, *P. aeruginosa* e *E. faecalis*. No que respeita à *C. albicans*, todos os materiais formaram uma zona de inibição, principalmente a mistura de WPC com ZO. O tipo de radiopacificador incorporada WPC interferiu com as suas propriedades físicas e antimicrobianas. O ZO foi encontrado para ser um radiopacificador viável, que pode ser usado com o WPC. De acordo com a sua baixa solubilidade, o potencial de alcalinização final e atividade antimicrobiana equivalente à WPC, faz ZO um agente radiopacificador promissor para ser utilizado como um suplemento para o WPC, na proporção de volume de 20% de WPC. A redução do pH de WPC com ZO após 24 horas está relacionada com a solubilidade mais baixa dessa associação. Possivelmente, o óxido de zircônio participa efetivamente na hidratação do PC, favorecendo um cimento mais homogêneo, com menos porosidade. Os autores concluíram que o WPC representa um material alternativo para ser usado como um material de obturação retrógrada.

Dhani et al. (2012) avaliaram e compararam pH, tempo, dureza e composição química do MTA ProRoot[®] branco com cinza, cimentos Portland brancos e uma nova composição de cimento Portland com óxido de bismuto. Obtiveram como resultados que a composição química do cimento Portland branco, cimento Portland cinza e cimento Portland modificado e MTA foram muito semelhantes em pó e misturados. A única diferença obtida foi à presença de íons de bismuto em MTA e cimento Portland modificado e ferro na cor cinza do cimento Portland. Todos os cimentos testados apresentaram nenhuma diferença nos valores de pH em 2 minutos, 30 minutos e 60 minutos. Todos os cimentos mostraram tempo de presa

semelhante, exceto o cimento Portland cinza que apresentou maior tempo de presa. Os valores da dureza de todos os cimentos foram o mesmo exceto cimento Portland branco que mostrou significativo valor mais elevado. Os autores concluíram que o MTA e cimentos Portland modificado apresentaram propriedades físico-químicas similares e estudo EDS mostrou composição química semelhante, mas não igual.

O MTA é uma forma aperfeiçoada do composto original do cimento Portland (PC), demonstra uma forte natureza biocompatível devido ao alto pH e sua capacidade de formar hidroxiapatita. O MTA fornece melhor capacidade para selar do que os materiais endodônticos tradicionais, como observado na infiltração de corante, filtração de fluidos, vazamento de proteínas, fugas e estudos de penetração de bactérias, e tem-se reconhecido como um material bioativo. Atualmente uma variedade de produtos comerciais estão disponíveis de MTA, incluindo ProRoot[®] cinza e branco, MTA Dentsply e MTA Angelus (MALHOTRA, N., et al., 2013).

De acordo com o estudo de Toptanci, Dalli e Çolak, (2013), O MTA é amplamente utilizado na aplicação clínica como capeamento pulpar, reparação de perfuração, vedação da raiz, obturação radicular, na reabsorção internas e externas e pulpotomias em dentes decíduos e permanentes. No campo endodôntico, quando se utiliza um material como o MTA, a interação entre materiais e tecidos periapicais é importante para a cura e tempo de vida da terapia endodôntica. Entretanto, a capacidade de vedação, a interação com células ou tecidos e a sua repetição sejam requisitos essenciais para este material desempenhar papel importante de sucesso endodôntico. O MTA é um material bioativo pelo uso em pulpotomias vitais, a formação da barreira apical de necrose pulpar e ápices abertos. Estudo de caso e numerosos relatórios mostram que o MTA é o material mais eficaz do que outros materiais nesses casos. Muitos estudos têm demonstrado os efeitos do MTA em cementoblastos e odontoblastos.

Kharat et. al. (2014) realizaram um estudo do MTA como sendo “Um material versátil na Endodontia”. Tornou-se um material tão importante no arsenal da prática endodôntica que, atualmente, é praticamente inseparável da Endodontia. MTA foi introduzido em 1993 com a intenção original principalmente para o fechamento da perfuração. MTA é derivado a partir de cimento Portland é composto principalmente de silicato tricálcico e silicato dicálcico. No entanto, por causa de suas características físico-químicas superiores, tais como, baixa contração e boa capacidade de vedação, o seu uso foi expandido gradualmente na prática endodôntica. Os autores concluíram que o MTA é o material de escolha para algumas aplicações clínicas e, especialmente, ele pode ser usado para retrobturadores, VPT, reparação de perfuração e formação de barreira apical de dentes com necrose pulpar e ápice imaturo.

Cristais de hidroxiapatita se formam sobre MTA quando ele entra em contato com tecidos fluidos. Estes Cristais de hidroxiapatita podem atuar como um ninho para a formação de estruturas calcificadas após o uso deste material em tratamento de canais radiculares. No entanto, MTA tem alguns inconvenientes conhecidos, como um longo tempo de presa, de alto custo e potencial de descoloração. E deixam claro que mais estudos clínicos são necessários para confirmar a sua eficácia em longo prazo quando comparado com outros materiais.

Cavenago et. al. (2014) avaliaram a influência da proporção de pó-e-água para radiopacidade, tempo de presa, pH, liberação de íons de cálcio e solubilidade volumétrica através do micro-CT do MTA-Angelus (Londrina, Pr, Brasil). Três grupos MTA foram preparados utilizando proporções de 4:1, 3:1 e 2:1 de pó-e-água. Trinta dentes de acrílico com material retrobturadores foram imersos em água ultrapura para medição do nível de pH e liberação de íons cálcio (espectrofotômetro de absorção atômica) a 3, 24, 72 e 168 h. No teste de solubilidade, as obturações radiculares de 30 dentes de acrílico foram escaneados duas vezes por um Micro-CT, antes e depois da imersão em água ultrapura para 168 h. Os dados digitais foram reconstruídos, e o volume (3mm) das amostras foi obtida usando um software de CT (v1.11.10.0 CTAN, SkyScan). A radiopacidade foi maior quando a proporção de 4:1 foi utilizada. O tempo de presa foi maior, e a liberação de íons de cálcio e nível de pH foram maiores com um volume maior de água. O grupo com mais água (2: 1) teve significativa perda de volume de material em comparação com os outros grupos. Concluíram que as proporções de pó/água interferiram significativamente com as propriedades físicas e químicas do MTA branco. Ainda, a proporção de pó/água é de grande relevância clínica, durante a manipulação do MTA deve ser estritamente seguido por um cimento mais fluido e pode ser susceptível à lavagem, especialmente para o fluido de tecido presente nos tecidos periapicais. Além disso, a radiopacidade reduzida faz com que seja difícil de visualizar o material. O tempo de trabalho mais longo parece estar relacionado com a solubilidade, o que pode comprometer a eficácia da obturação radicular.

3 OBJETIVOS

Objetivamos investigar a interferência do sangue e soro fisiológico em contato com o MTA branco Angelus[®] (Angelus, Londrina-Pr, Brasil) verificando possíveis alterações nas suas propriedades, quanto à solubilidade (análise volumétrica), utilizando-se do Micro CT, avaliação do nível de pH e sua composição iônica, por espectroscopia de energia dispersiva (EDS).

4 MATERIAL E MÉTODOS

4.1 Delineamento do estudo

O estudo se caracteriza por uma pesquisa *in vitro*, foi aprovado pelo Comitê Permanente de Ética em Pesquisas com seres humanos – COPEP, da Universidade Estadual de Maringá – UEM, (CAAE Nº 28585814.4.0000.0104). O voluntário envolvido na pesquisa recebeu informações sobre a natureza do estudo e assinou termo de consentimento livre e esclarecido, antes de qualquer procedimento metodológico.

O estudo foi realizado em parceria com o laboratório de pesquisa do departamento de Endodontia, da Faculdade de Odontologia de *Bauru*, da Universidade de São Paulo (*FOB-USP*).

4.2 Material

O material utilizado para a obturação retrógrada foi o Agregado Trióxido Mineral (MTA) branco Angelus[®] (Angelus, Londrina-Pr, Brasil).

Sua embalagem é composta por dois frascos, um de vidro contendo 1g de pó, e outro de plástico com bico dosador contendo 3 mL de água destilada. O pó apresenta a seguinte composição, em proporção de peso, segundo o fabricante:

- Cimento Portland – 80%
 - Silicato Tricálcico – 3CaO-SiO_2
 - Silicato Dicálcico – 2CaO-SiO_2
 - Aluminato Tricálcico – $3\text{CaO-Al}_2\text{O}_3$
 - Ferroaluminato Tetracálcico – $4\text{CaO-Al}_2\text{O}_3\text{-Fe}_2\text{O}_3$
- Óxido de Bismuto – Bi_2O_3 – 20%

A bula do material informa que os constituintes são os mesmos do MTA Angelus[®] cinza (Angelus), porém, com uma menor quantidade de Ferroaluminato tricálcico na

composição do clínquer do cimento Portland, a partir do qual é fabricado e com ausência de sulfato de cálcio.



Figura 1. Apresentação comercial do MTA branco Angelus® (Angelus, Londrina-Pr, Brasil).

4.3 Preparo dos espécimes

As amostras foram feitas através de um incisivo central superior permanente humano, foi moldado com silicona de adição (Elite® HD+) e, depois de confeccionado o molde, reproduziu-se 30 espécimes de raiz do dente em resina acrílica (JET) (Figura 2).

Após a confecção dos espécimes em acrílico, foram realizadas apicectomias de 3 mm, utilizando-se a peça de mão reta e discos de lixa diamantados (Figura 3).

Em seguida, foram realizadas cavidades retrógradas de 3 mm de profundidade com uma broca carbide nº 2 (Broca FG JET) em alta rotação, sob refrigeração abundante (Figura 4).

O MTA branco Ângelus® foi pesado em balança analítica de precisão, na proporção recomendada pelo fabricante, ou seja, de 1g do pó para 0,33g de água destilada. Após a espatulação do material, as cavidades dos espécimes foram preenchidas utilizando-se porta amálgama infantis e calcadores endodônticos para levar o cimento à cavidade.

Os espécimes foram inspecionados visualmente com o auxílio de lupa de 5x de aumento para garantir que não ficassem espaços vazios ou falhas. E os espécimes que apresentaram falhas ou espaços vazios superficiais foram excluídos desse estudo.

Depois de preenchidos, os espécimes prontos com obturação retrógrada foram distribuídos em eppendorfs e divididos em 03 grupos de 10 espécimes cada. Prepararam-se os eppendorfs para cada grupo e espécime com a inserção de um rolete de algodão seguido de um Hemospon[®] para simular o ligamento periodontal e, conseqüentemente, uma situação clínica (Figura 5).

O grupo 1 foi o grupo controle (GC), com 10 espécimes sem exposição à líquidos e inseridos no eppendorf (Figura 6). Os grupos 2 e 3 foram os experimentais, com 10 espécimes cada um, tendo sido adicionado 1 mL de soro fisiológico no grupo 2 (GE-SF) e, 1mL de sangue humano fresco no grupo 3 (GE-S), coletado a partir do consentimento de um membro voluntário saudável participante do grupo da pesquisa. Tanto o soro fisiológico quanto o sangue humano fresco foram inseridos em cada um dos eppendorfs utilizados no respectivo grupo, seguindo-se a colocação dos espécimes em contato com algodão+Hemospon[®] (Figuras 7 e 8).

Os grupos foram armazenados em estufa com temperatura ambiente 37°C, por 24h. Em seguida, foram analisados quanto à solubilidade, ao nível de pH, à liberação de íons de hidroxila e a sua composição iônica.



Figura 2. Espécime em acrílico, após a reprodução do dente.

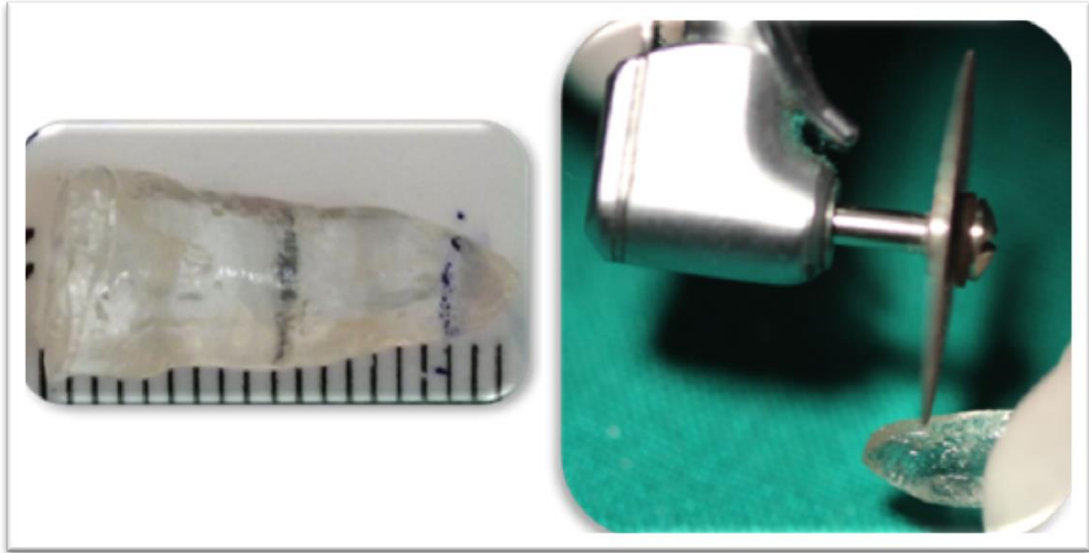


Figura 3. Apicectomia de 3mm com disco de lixa em baixa-rotação

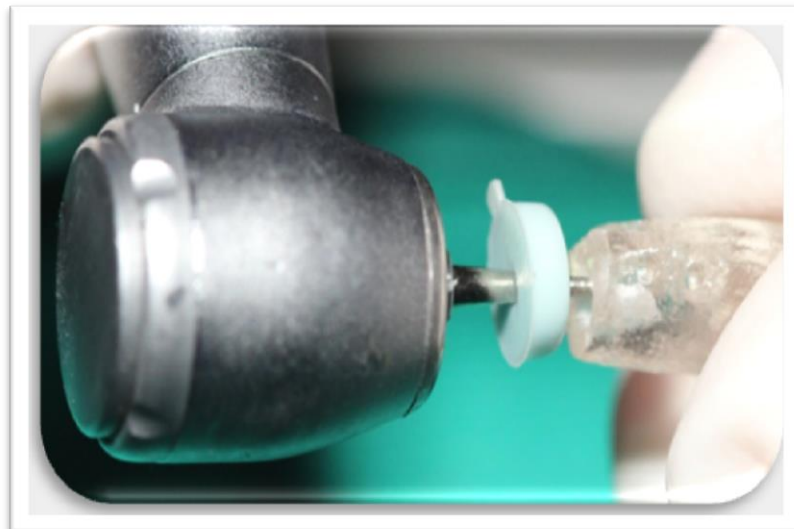


Figura 4. Cavidade retrógrada de 3mm, com broca carbide nº2 em alta-rotação



Figura 5. Eppendorf preparado com algodão+Hemospon[®] para receber o espécime



Figura 6. Grupo 1: GC sem exposição de líquidos



Figura 7. Grupo 2: GE-SF com exposição ao soro fisiológico



Figura 8. Grupo 3: GE-S com exposição ao sangue humano

4.4 Determinação da solubilidade e do pH

Após toda a confecção e preparo, as amostras foram digitalizadas duas vezes, por um scanner de raios-X microfoco CT (1174v2 SkyScan; SkyScan, Kontich, Bélgica) (Figura 9). A solubilidade foi avaliada pelas medições volumétricas dos cimentos por meio de imagens Micro-CT, a área de trabalho de cada um dos grupos foi a obturação retrógrada, essa usada para o cálculo do volume inicial de cada amostra (Figura 10).

O procedimento de digitalização foi completado utilizando 50 KV de tensões de raios-X e 800 μ A de corrente de ânodo. Quatro amostras de cada um dos grupos foram digitalizadas de cada vez. Os parâmetros de captura de imagem utilizados eram de um tamanho de 14.1mm voxel com 1,1° passo de rotação, usada uma rotação de 360°. Cada varredura consistiu em imagens 327. tif com 1.024 91.304 pixels. Os dados digitais foram ainda elaborados pelo software de reconstrução (NREConv 1. 6.4.8, SkyScan) e o software CTAN (v1.11.10.0 CTAN, SkyScan) foi utilizado para as medições de volume. No software CTAN, as quatro amostras presentes na imagem foram separadas para serem analisadas individualmente. O software limitou a análise à área de interesse (ROI) individualmente para cada uma das amostras e os novos dados de ROI foram salvos em pastas separadas. Em seguida, o conjunto de dados obtidos das amostras foi aberto e o valor do binário foi ajustado de acordo com as imagens. Este valor foi registrado para ser usado mais tarde na segunda digitalização. Através da reprodução das imagens em 3D, foi possível obter a análise quantitativa do volume inicial de material. E isso promove uma ferramenta automatizada de cálculo do volume total (3 mm) a partir da imagem tridimensional (3D) dos objetos selecionados binários (de cor branca). Depois de executar a função de análise de '3D', estes dados foram registrados em uma lista de resultados.

Após o processo de digitalização, os espécimes foram individualmente imersos em 10 mL de água ultrapura, em frascos de vidro. Para evitar qualquer interferência com os resultados, todos os frascos de vidro foram pré-tratados com ácido nítrico, mensurando-se, ainda, o nível do pH inicial destes frascos que continham a água ultrapura, antes da imersão dos espécimes. Essa medição do nível de pH dos fracos de vidro foi realizada com um medidor de pH (modelo 371; Micronal, São Paulo, SP, Brasil), previamente calibrado.

Os frascos, já com os espécimes, foram armazenados a 37°C, durante 168 h (Figura 11). Após este período, os espécimes foram removidos dos frascos, secados com gaze e

digitalizados exatamente nos mesmos parâmetros utilizados para o primeiro exame. Em seguida, mediu-se o pH final da água ultrapura que restava nos frascos. Igualmente, a análise do volume final das amostras, após a imersão na água, foi efetuada da mesma forma que a primeira.

Assim, a solubilidade foi determinada por meio do cálculo do volume de amostras de MTA que foram perdidos durante a imersão e os resultados encontrados foram convertidos em percentagens a fim de mostrar a proporção do material dissolvido.

As leituras do nível de pH foram realizadas 24 h e 168 h após a confecção dos espécimes, comparando-se, assim, o pH inicial e o final, este correspondendo ao nível obtido após as 168 h de imersão, os dados do pH foram convertidos em percentagens através do cálculo realizado por uma regra de 3 para então realizar as análises comparativas.



Figura 9. Scanner de raios-X microfoco CT

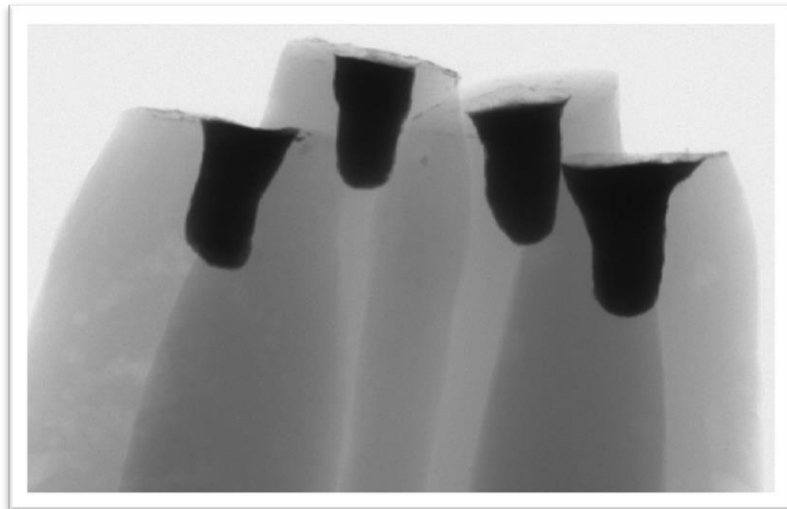


Figura 10. Imagens da digitalização por Micro-CT



Figura 11. Medidor de pH

4.5 Determinação da composição iônica por Espectroscopia de energia dispersiva (EDS)

A avaliação da composição iônica foi realizada através da confecção de um corte no espécime, com 2 mm de espessura da obturação retrógrada (Figura12). Para esta análise em espectroscopia de energia dispersiva (EDS), os espécimes não necessitaram de nenhum tratamento prévio. Foi avaliada a superfície de um espécime de cada grupo, pelo microscópio de varredura Personal SEM[®] (PSEM) eXpress[™] (Aspex Corporation), identificando sua composição iônica (Figura13).

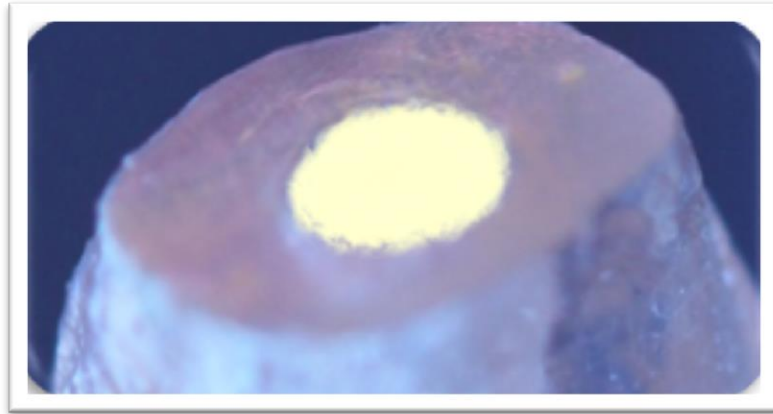


Figura 12. Espécime para análise da microestrutura com 2 mm



Figura 13. Representação do microscópio de varredura Personal SEM[®] (PSEM) eXpress[™] (Aspex Corporation)

4.6 Análise estatística

A análise de solubilidade e pH foi comparada pelos testes de ANOVA e Tukey. O nível de significância foi fixado em 5%. O software Prism 5.0 (GraphPad Software Inc, La Jolla, CA, EUA) foi usado como ferramenta analítica.

5 RESULTADOS

Com o objetivo de facilitar a compreensão, os resultados serão descritos de acordo com cada análise efetuada.

5.1 Análise da Solubilidade

Verificou-se que os grupos avaliados quanto à % de solubilidade estavam de acordo com o recomendado pela norma ISO 6876:2001 sendo de até 3%. Os resultados obtidos mostraram que a maior média de solubilidade encontrada, após a análise de variância, foi a do grupo 2 GE-SF com 2,16 e a menor foi o grupo 3 GE-S com 1,91 (tabela 1, gráfico 1) e ainda que, na comparação entre os grupos, não houve diferença significativa (tabela 2).

O grupo experimental soro fisiológico foi o que apresentou maior solubilidade, em seguida o grupo controle e por fim o grupo experimental sangue. É possível notar às

diferenças de solubilidade inicial e final através das imagens em reproduções 3D, a seguir (Figura 14).

Tabela 1. Média e desvios padrão da solubilidade dos grupos GC, GE-SF, GE-S após 7 dias

Grupos	Controle	Soro	Sangue
N	10	10	10
Média %	2,008	2,164	1,91
Desvio Padrão %	1,680	1,161	0,9097
Inferior 95% CI	0,8059	1,334	1,259
Superior 95% CI	3,210	2,994	2,561

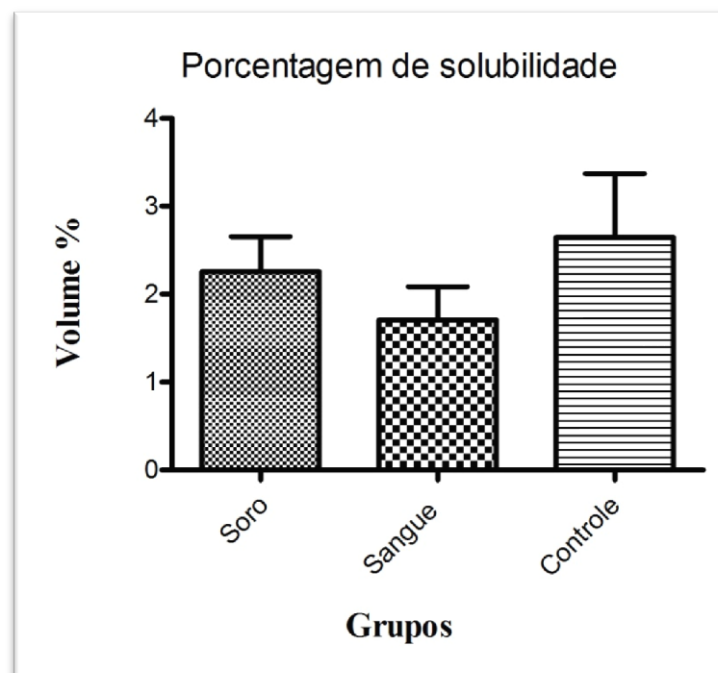


Gráfico 1. Representação gráfica da % entre os grupos de solubilidade

Tabela 2. Comparação dos grupos pelo teste Tukey da solubilidade

	Média	q	Significância	Sumário	95% IC
Sangue x Soro	-0,254	0,6222	Não	ns	-1,686/1,178
Sangue x Controle	-0,098	0,2401	Não	ns	-1,530/1,334
Soro x Controle	0,156	0,3822	Não	ns	-1,276/1,588

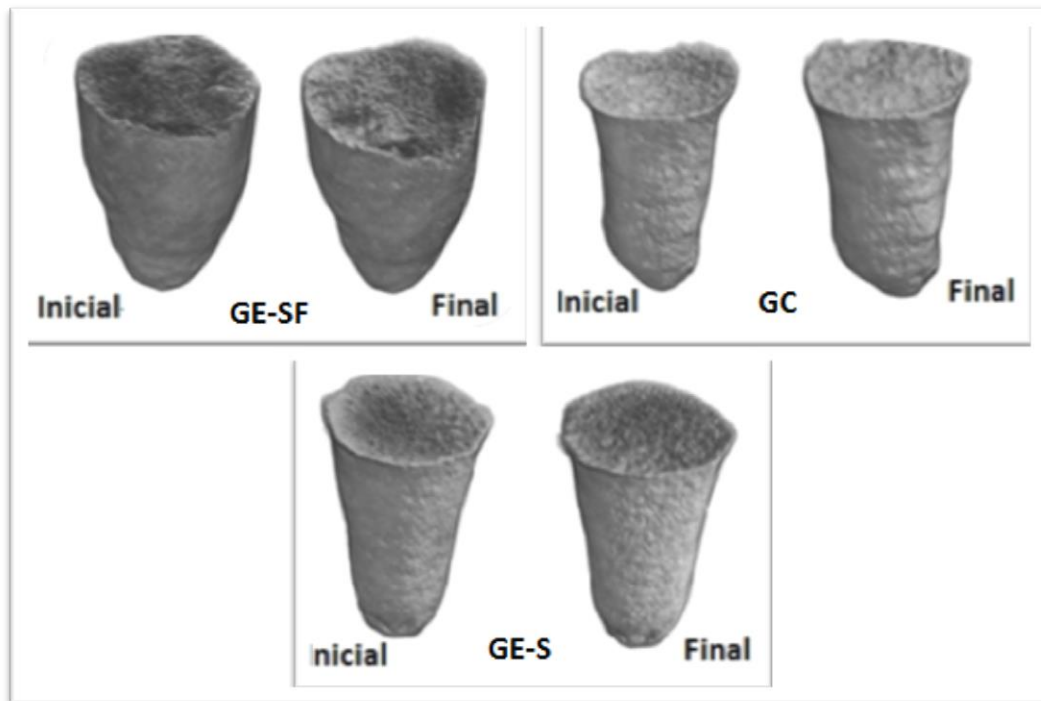


Figura 14. Reprodução de imagem 3D dos grupos GR-SF, GC, GE-S

5.2 Análise do Potencial Hidrogênico (pH)

Quanto ao potencial hidrogênico (pH), ou seja, a capacidade de um material liberar íons hidroxila, observou-se que, comparando o período inicial 24 h com o período final após 168 h (7 dias), todos os grupos apresentaram um pH ainda mais alcalino, o nível de pH inicial variou de 6,0 até 7,0 e no pH final variou de 7,0 a 8,5 (Gráfico2). A maior média em porcentagem encontrada foi para o grupo 2 GE-SF com 32,9% seguindo com o grupo 3 GE-S 32,30% e GC 24,70% de alcalinidade (tabela 3), isto ocorreu devido a maior hidratação nos grupos GE-SF e GE-S que além da água de presa do material MTA foram expostos em meio líquidos ocorrendo maior produção de hidróxido de cálcio, que favoreceu maior liberação de íons de hidroxila. Por outro lado, com o GC, não exposto a nenhum meio líquido além da água de presa, ocorreu o inverso, ou seja, menor liberação de íons de hidroxila.

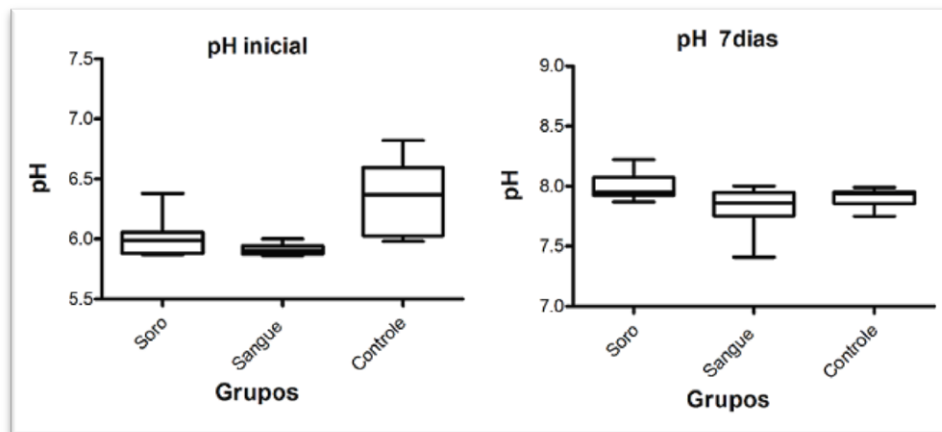


Gráfico 2. Representação gráfica do pH inicial e após 7 dias de imersão em água ultrapura proporcionados pelos grupos estudados

Tabela 3. Média e desvio padrão em % de aumento do pH da liberação íons hidroxila pelos grupos

Grupos	Soro %	Sangue %	Controle %
Média	32,90	32,30	24,70
Desvio Padrão	3,872	2,869	5,599
Erro Padrão	1,224	0,9074	1,770
IC 95% inferior média	30,13	30,25	20,69
IC 95% superior média	35,67	34,35	28,71

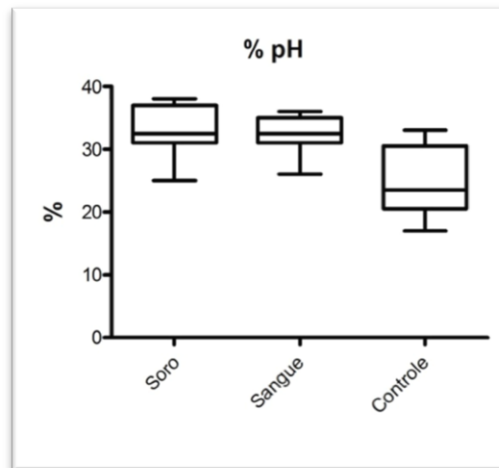


Gráfico 3. Representação gráfica em % do pH entre os grupos

Na comparação entre os grupos, notou-se uma diferença estatisticamente significativa entre os grupos: soro fisiológico x controle e sangue x controle, conforme pode observar na tabela 4.

Tabela 4. Comparação das % do pH pelo teste Tukey entre os grupos

	Média	q	Significância P<0,05	95% IC
Soro x Sangue	0,6000	0,4449	Não	-4,132/5,332
Soro x Controle	8,200	6,080	Sim	3,468/12,93
Sangue x Controle	7,600	5,635	Sim	2,868/12,33

5.3 Análise da composição iônica por EDS (espectroscopia de energia dispersa)

Na análise qualitativa da composição iônica por EDS (espectroscopia de energia dispersa), pode-se avaliar a presença dos elementos químicos como: carbono (C), nitrogênio (N), oxigênio (O), magnésio (Mg), alumínio (Al), silício (Si), fósforo (P), enxofre (S), cálcio (Ca), ferro (Fe), bismuto (Bi), conforme a composição do MTA Angelus®. Diante dos achados, verificamos que o Cálcio (Ca) é o componente químico que se encontra em maior concentração entre os compostos. Entre os grupos, no GC o Ca é o que se destaca em maior volume, 42,8%, isto ocorreu devido ao GC não ter sido exposto há mais nenhum meio líquido além da água de presa, assim obteve menor hidratação, o que sugere que essa maior concentração encontrada esteja em forma de silicato de cálcio. Por outro lado, o GE-SF é o que se destaca com o menor volume de Ca, com 19,1%, isso porque o GE-SF foi exposto ao meio líquido com soro fisiológico, maior hidratação entre os grupos, ocorrendo, por consequência, maior produção de hidróxido de cálcio, maior liberação de íons de hidroxila, maior solubilidade e com isso a menor concentração de Ca.

Tabela 5. Composição iônica em % dos grupos analisados em EDS

Grupos	Elementos %										
	C	N	O	Mg	Al	Si	P	S	Ca	Fe	BI
1 Sangue	13,5	6,6	15,0	3,3	4,8	7,2	5,3	8,1	33,4	1,9	0,9
2 Soro	7,8	5,5	17,8	3,9	8,5	16,5	4,6	13,5	19,1	2,0	0,7
3 Controle	17,0	7,2	13,2	2,9	3,2	3,7	3,9	3,6	42,8	1,5	0,9

6 DISCUSSÃO

6.1 Da Metodologia

O presente trabalho teve por objetivo uma investigação quanto à interferência do sangue e do soro fisiológico em contato com o MTA branco Angelus[®] (Angelus, Londrina - PR, Brasil), verificando, assim, se influenciam nas propriedades deste MTA, no tocante a solubilidade por meio do Micro CT, avaliação do nível de pH, liberação íons de hidroxila, e em sua composição iônica, através da análise EDS com o microscópio eletrônico de varredura. Há vários estudos *in vitro* que corroboram com a realização e os achados dessas propriedades físico-químicas deste estudo (TORABINEJAD et. al, 1995; DUARTE et. al., 2003; FRIDLAND e ROSADO, 2003; SANTOS et. al., 2005; FRIDLAND e ROSADO, 2005; ISLAM, CHNG e YAP, 2006; BORTOLUZZI et. al., 2009; VIVAN et. al., 2010; BORGES et. al., 2010; DUARTE et. al., 2012; WECKWERTH et. al., 2012; DHANI et al., 2012; CAVENAGO et. al., 2014). É evidente que os estudos que conseguem avaliar os materiais *in vivo* fornecem resultados mais próximos e fidedignos com a realidade. Entretanto, com as dificuldades de execução e os aspectos éticos, esses estudos são artigos raros quando se tratam de avaliações de propriedades físico-químicas. No que se refere aos estudos *in vitro*, encontram-se várias formas descritas para determinação de tais propriedades avaliadas neste estudo.

A metodologia empregada neste estudo, para os corpos de prova, consistiu na confecção de réplicas de raízes de um incisivo central superior permanente em resina acrílica e a realização da obturação retrógrada com o MTA Angelus[®], para reproduzir o mais próximo possível da real situação clínica, diferenciando-se do que a norma ISO 6876:2001 preconiza para o corpo de prova que não condiz com uma real situação clínica. Após o tempo de presa, foram imersos em água ultrapura para a medição do pH. Da mesma forma, sendo encontrados e corroborando com estes métodos os estudos de Duarte et. al. (2012) e Cavenago et. al. (2014), e ainda Weckwerth et. al. (2012), e diferenciam-se somente pela troca de água ultrapura por água deionizada.

Já o método de medição de pH, foi realizado através de um medidor de pH (pHmetro) (modelo 371; Micronal, São Paulo, SP, Brasil), considerado o método mais utilizado na

literatura (TORABINEJAD et. al., 1995; DUARTE et. al., 2003; FRIDLAND e ROSADO, 2003; FRIDLAND e ROSADO, 2005; ISLAM, CHNG, e YAP, 2006; BORTOLUZZI et. al., 2009; VIVAN et. al., 2010; BORGES et. al., 2010; DUARTE et. al., 2012; DHANI et al., 2012, CAVENAGO et. al., 2014). Após espatularem o cimento, Torabinejad et. al. (1995) optaram por colocá-lo diretamente na solução, ao contrário deste estudo, e também de Cavenago et. al. (2014), que somente imergiu os espécimes após todo o período de presa ter finalizado. Entretanto, esta forma de imersão direta, onde o material é inteiramente dissolvido na solução, acaba resultando em valores de pH bem acima dos que realmente podem ser encontrados na clínica, já que a área de contato dos materiais com os fluídos tissulares, quando no interior dos dentes, é bastante restrita (VIVAN, 2010). Todavia, o método no qual este estudo utilizou pode também apresentar desvantagens, pois esta técnica imergir os corpos de provas na solução, somente após o tempo de presa final dos cimentos, não permite a análise do pH inicial do cimento, além da possibilidade de solubilização superficial do material ainda não totalmente endurecido. Ainda tem sido descritos na literatura a determinação do pH diretamente na massa do cimento recém manipulado, por meio de microelétrodos introduzidos no interior do mesmo (ISLAM, CHNG, e YAP, 2006), porém, apesar de preciso, este método não fornece dados do potencial alcalinizador dos materiais. Neste estudo não foi realizado a troca de água ultrapura, sendo somente medido o pH no tempo inicial, antes de colocar os corpos de provas, e 168 h após a retirada dos corpos de provas, quando foi realizada a medição final de pH (TORABINEJAD et. al., 1995, DUARTE et. al., 2004). No entanto, este procedimento não foi unanimidade entre os pesquisadores, onde realizaram as trocas da solução de água ultrapura ou deionizada (DUARTE et. al. 1996; DUARTE et. al., 2000, DUARTE et. al., 2003; SANTOS et.al., 2005). A escolha de qualquer um dos métodos depende da maneira que se deseja realizar a interpretação dos resultados. Quando da não renovação dos líquidos, como neste estudo, tem-se sempre uma ascendência dos valores, o que facilita a compreensão do desempenho dos materiais ao longo do tempo, enquanto que, quando é empregada a renovação, têm-se condições para determinar em que período ocorreu a maior liberação de íons, visto que o pH está diretamente relacionado com a liberação de íons hidroxila (VIVAN, 2010), o MTA Angelus[®] possui uma menor liberação de íons devido o tempo de presa ser mais rápido que outras marcas comerciais de MTA. Nesse estudo há um grande diferencial dos outros estudos devido o pH da água ultra pura ter sido medido antes de emergir os espécimes.

Outra propriedade avaliada foi o teste de solubilidade, que apresenta normatizações que procuram padronizar os estudos laboratoriais e geralmente seguem um desses padrões

técnicos. As normas #30 e #57 da ADA e 6876 da ISO versam sobre essa característica, sem nenhuma diferença que possa vir alterar significativamente os resultados. Assim, a maioria dos estudos acaba por ser desenvolvido de forma semelhante. Atualmente, as especificações ANSI/ADA 57/2000 é que são utilizadas (Hungaro Duarte et al., 2012). De acordo com este método, uma obturação de canal não deve ter uma solubilidade maior do que 3%. No entanto, é importante salientar que o método de solubilidade aplicado na maioria dos estudos, ANSI/ADA #57 ou ISO 6876, baseiam-se na diferença entre os pesos antes e depois de colocar o cimento em água ultrapura (TORABINEJAD, et al., 1995 a, b, c; FRIDLAND e ROSADO, 2003, 2005, VIVAN, 2010, DUARTE et al., 2012). Um fator importante é que apenas o material radiopaco é avaliado, com exceção da água a partir da análise. Este método permite a quantificação do material antes e depois da solubilização. Como em requisitos normais (ADA ou ISO), o MTA foi usado depois de ter completamente sua presa final, devido ao tempo necessário para a verificação das imagens, depois de ter sido suficiente para o tempo de presa final. Além disso, a imersão imediata pode conduzir a lavagem do material a partir da cavidade. Para superar as limitações das metodologias ISO e ADA, é necessária a busca de novos métodos precisos para ponderar esta variável, nas normas ISO e ADA os corpos de prova são muito extensos o que não condiz com uma real situação clínica. Neste estudo, um novo método e um corpo de prova diferente foram utilizados para avaliar a solubilidade, o que se aproxima muito com a real situação clínica. A verificação de micro-CT foi usada para avaliar a solubilização volumétrica do material. O estudo de Cavenago et. al., 2014, já havia apresentado esse novo método, do qual seguimos o mesmo modelo, o que corrobora este estudo. Quanto ao corpo de prova utilizado no método para avaliar a solubilidade, neste estudo, usamos réplicas de dentes confeccionadas em acrílico, que após a confecção da cavidade retrógrada foram preenchidos com MTA. Após o preenchimento foram imersos em água ultrapura, simulando próximo de uma real condição clínica. Da mesma forma, corroborando com estes métodos, os estudos de Duarte et. al., 2012 e Cavenago et. al., 2014, Weckwerth et. al., 2012. Entretanto, alguns estudos utilizaram corpos de prova diferentes desta metodologia, como em formato de discos com diâmetros aproximadamente de 20mm e 1,5 de altura conforme a norma ISO (TORABINEJAD et. al., 1995; FRIDLAND e ROSADO, 2003 e 2005; ISLAM, CHNG e YAP, 2006; DANESH et. al., 2006; JEONG et al., 2010; VIVAN, 2010). O que vale ressaltar, quanto ao modelo do corpo de prova, é que a solubilidade é uma propriedade diretamente relacionada à dissociação dos constituintes do material pela ação de contato com o líquido circundante, com consequência dissolução do mesmo. Deste modo, quanto maior a área de contato, maior será a possibilidade de dissolução

acarretando em uma maior solubilidade. Contraindo-se a isso, a quantificação desta solubilidade será realizada em função da diferença da massa do corpo de prova, antes e após o período de imersão, independente do tamanho do espécime. Portanto, é importante o cuidado quando da comparação de resultados de estudos que utilizaram corpos de prova de dimensões diferentes (VIVAN, 2010). Ainda, vale ressaltar que, as dimensões recomendadas pelos órgãos de standardização demandam um volume de material que, muitas vezes, dificultam a realização deste tipo de teste, até mesmo por razões econômicas, por isso, para superar as buscas de novos métodos, optamos por corpos de prova que se aproximam mais da forma que é empregado clinicamente. Outra variação encontrada nos relatos da literatura, diz respeito ao período de imersão. As normas tanto da ADA quanto da ISO, determinam um período de imersão de sete dias, período este utilizado neste estudo, entretanto, alguns estudos procuraram avaliar a solubilidade em longo prazo, logo, modificando o período de imersão determinado, por períodos maiores (TORABINEJAD et. al., 1995; FRIDLAND e ROSADO, 2005; DANESH et. al., 2006). Porém, nota-se que, independente do método utilizado e de possíveis alterações quanto às dimensões e forma do corpo de prova ou ao período de imersão, este método descrito e utilizado, ainda apresenta uma deficiência não contornada, o fato de iniciar-se o teste somente após a presa final do material. Alguns materiais, principalmente os considerados hidrofílicos, como o MTA, podem apresentar algumas de suas características modificadas em função da umidade, identificando que, durante uma cirurgia, os fluídos teciduais não esperam a presa do material para ter o contato e molhá-lo, por isso, acredita-se que os índices de solubilização que ocorrem clinicamente, diferem dos obtidos nas condições laboratoriais.

Por fim, quanto ao último método, neste estudo, uma avaliação qualitativa da composição iônica foi realizada através da confecção de um corte no espécime, com 2 mm de espessura da obturação retrógrada, para análise em espectroscopia de energia dispersiva (EDS) pela microscopia eletrônica de varredura (MEV). Para esta análise em EDS, os espécimes não necessitaram de nenhum tratamento prévio. Foi avaliada a superfície de um espécime de cada grupo, identificando sua composição iônica (TORABINEJAD et. al., 1995; SONG et. al., 2006 e DHANI, SINGH, BHUYAN, 2012). Porém, o estudo de Garcia et. al. (2011) se diferenciou dos métodos na análise e identificou os elementos químicos das amostras por difratometria de raios X, através de difratômetro. Outros autores, como Sarkar et. al. (2005), Silva et. al. (2010); Dhani, Singh, Bhuyan (2012); Saghiri et. al. (2013), lançaram mão do uso da microscopia eletrônica de varredura para análise da morfologia de superfície das amostras.

6.2 Dos Resultados

O presente estudo avaliou o MTA – branco Angelus[®] (Londrina – PR, Brasil) sob a interferência do sangue e soro fisiológico, quanto a solubilidade, potencial hidrogênico (pH) e sua composição iônica, quando em situação clínica especialmente nas obturações retrógradas.

Quanto à solubilidade, este estudo mostrou que o grupo 2 GE-SF foi o que teve a maior solubilidade, em seguida o GC e por fim o grupo 3 GE-S. Porém, diante dos achados não houve diferença estatisticamente significativa entre os grupos que apresentaram solubilidade abaixo de 3%, estando de acordo com as especificações da ANSI/ADA 57/2000 e ISO 6876:2001 onde aponta que uma obturação de canal não deve ter uma solubilidade maior do que 3%, colaborando com os achados de outros estudos que, embora tenham utilizado metodologia diferente, mostraram também solubilidade abaixo que o recomendado (BORTOLUZZI et al. 2009, DUARTE et al., 2012). A solubilidade superior a 3% favorece uma maior degradação do material e a uma maior formação de espaços vazios que podem encorajar uma maior infiltração e perda de material. De acordo com Parirokh e Torabinejad (2010), o ensaio de solubilidade padrão usado possui limitações que podem ter influência nos resultados. As partículas do material podem se destacar do cimento, durante o armazenamento, ou o cimento pode absorver água. Provavelmente devido ao fato do MTA ser um material hidrofílico, alguns autores (VIVAN, 2010, DUARTE et al., 2012) mantiveram as amostras em um desumidificador para a secagem, antes da primeira pesagem, a fim de evitar água em excesso. Além da possibilidade da influência de água em relação ao peso, outra desvantagem dos métodos ISO e ADA são as amostras utilizadas para o ensaio, que tem duas faces com 20 mm de diâmetro, capazes de solubilizar. Para superar as limitações das metodologias ISO e ADA, é necessária a busca de novos métodos precisos para sopesar esta variável, como o realizado neste estudo que se aproxima mais da forma que o material é empregado clinicamente.

Na utilização clínica, está presente a contaminação do MTA por sangue e fluídos teciduais. O sangue entra em contato com o cimento e fica incorporado no MTA, durante ou depois da sua colocação, e essa contaminação pode ter um efeito prejudicial sobre as suas propriedades físicas. Nekoofar, Stone e Dummer (2010) relataram os efeitos da contaminação

por sangue sobre a resistência à força de compressão do MTA Pro-Root[®], que quanto mais incorporado por sangue o MTA se encontrava, mais reduzida foi a resistência à compressão do material, a resistência tem fator prejudicial nas situações clínicas como pulpotomia e perfuração coronária. Ainda, Nekoofar et al. (2010), ao avaliar o efeito do sangue e do soro humano sobre a microdureza e microestrutura de superfície do MTA branco e cinza, em curto e longo prazo, verificaram que o MTA branco teve uma maior microdureza de superfície que o MTA cinza em todos os grupos experimentais e também no grupo controle. Verificaram ainda que os valores obtidos depois de seis meses foram semelhantes àqueles depois de quatro dias. Além disso, concluíram que a contaminação por sangue teve um efeito prejudicial sobre a microdureza de superfície do MTA e causou uma mudança na sua microestrutura de superfície. Também, sugerem que devem ser realizadas tentativas para controlar o sangramento, que se for inevitável, a escolha por MTA branco pode ser mais apropriada. Contudo verifica-se que o MTA em contato com o sangue nesses estudos obteve um resultado negativo. Em contrapartida, o presente estudo complementa referidos estudos sobre as propriedades físico-químicas, quanto ao efeito do sangue em contato com o MTA, mas mostra que em contato com o sangue obteve-se um resultado positivo com uma menor solubilidade. Essa diferença de resultados dos estudos mencionados para com este nosso estudo se dá na diferença do MTA utilizado, sendo que naqueles o ProRoot[®] da Dentsply e neste estudo o MTA Angelus[®], pois entre eles há diferença na composição e tempo de presa, o ProRoot[®] em sua composição tem o sulfato de cálcio que retarda a presa e com isso ocorre maior contato com o sangue e isso pode ter cooperado para os resultados que os estudos de Nekoofar, Stone e Dummer (2010) apresentaram, se opondo ao que este estudo obteve que principalmente com grupo sangue obteve menor solubilidade, maior produção de hidróxido de cálcio e assim maior liberação íons de hidroxila. A solubilidade de materiais de obturação radicular é fortemente influenciada pelo ambiente em que estão em contato. Encontra-se na literatura vários estudos analisando a solubilidade de diferentes formas e diferentes materiais de obturação. Torabinejad et. al. (1995) observaram que, a exceção para o IRM, nenhum dos materiais testados, como amálgama e SuperEBA, apresentaram qualquer solubilidade sob as condições do estudo. Fridland e Rosado (2003) observaram uma maior solubilidade e porosidade quando o volume de água na mistura foi aumentado. Danesh et. al. (2006) mostraram que o MTA exibiu menores índices de solubilidade do que o cimento Portland. Os cimentos Portland CEM I e CEM II foram significativamente mais solúveis. Islam, Chng e Yap (2006), também em uma comparação entre as propriedades físicas e mecânicas do MTA e cimento Portland, concluíram que o MTA ProRoot[®] branco mostrou maior solubilidade que

os demais cimentos. Poggio et. al. (2007) constataram que IRM, Superseal[®] e ProRoot[®] foram praticamente insolúveis. Esta é uma propriedade física adequada para utilização como material de obturação radicular. Vivan et. al. (2010) obtiveram que o cimento à base de resina epóxi e fotopolimerizável MTA mostraram menores valores de solubilidade. Rhim et al. (2012) verificaram que as propriedades físicas do MTA se avaliadas a reação durante a presa são reduzidas após ele ser armazenado em água, mas o SuperEBA é menos influenciado por condições aquosas. Cavenago et. al. (2014) verificaram através da análise de proporção pó e líquido que o tempo de trabalho mais longo parece estar relacionado com a solubilidade, o que pode comprometer a eficácia da obturação radicular.

Quanto ao potencial hidrogênico (pH), ou seja, a capacidade de um material liberar íons hidroxila, o nosso estudo observou que todos os grupos apresentaram no final um pH alcalino, e a maior média encontrada foi para o grupo 2 GE-SF com 32,9%, seguindo-se o grupo 3 GE-S com 32,30% e GC 24,70% de alcalinidade. O grande fator para esses resultados foi o grupo sangue e o grupo soro fisiológico terem tido, além do contato com a água da presa, o MTA exposto aos meios líquidos respectivos de cada um desses grupos, o que favoreceu uma maior hidratação do MTA, maior liberação de hidróxido de cálcio e, assim, maior liberação de íons de hidroxila, já no grupo controle, por não ter sido exposto há nenhum meio líquido, não ocorreu tanta hidratação, com isso uma menor liberação de cálcio e por isso foi o pH de menor valor. Vivan et. al. (2010), em seu estudo, dizem que obtendo a maior solubilidade favorece um nível de pH mais alto, isso corrobora com os nossos resultados, pois o grupo com soro fisiológico com a maior solubilidade foi o que apresentou o pH mais elevado.

Em estudos onde o nível de pH é medido após 24 h, quando o MTA já teve totalmente a sua presa final, os valores de pH obtidos irão de 7,5 à 8 no máximo, pois a maior liberação de hidróxido de cálcio se dá na reação de presa do material, ou seja, até 3 horas após a manipulação do MTA, depois desse período, ocorre a queda da liberação de hidróxido de cálcio e por isso se encontram valores de pH como os deste estudo, esse é o grande fator que ocorreu para a diferença dos tais achados nos estudos citados, em que encontraram um nível de pH bem mais elevado, pois mediram o pH durante a sua reação de presa, ou seja, antes de 24 h, e com isso encontraram níveis de pH mais elevado, assim como, Islam, Chng e Yap (2006) encontraram valores de pH bem mais elevados do que os encontrados neste estudo, contudo, esses autores determinaram o pH por meio de micro-eletrodos no interior da massa do cimento durante seu endurecimento. Os resultados encontrados neste estudo corroboram com os estudos de Duarte et. al. (2003), Santos et. al. (2005), Vivan (2010) e Cavenago et. al.

(2014) e ainda, Vasconcelos (2006), os quais, utilizando metodologia semelhante, obtiveram picos de pH próximos a 9,5, sempre encontrados até as primeiras 24 horas de imersão. Entretanto, há outros estudos na literatura que obtiveram pH bem mais elevado do que o encontrado neste estudo. Fridland e Rosado (2003) obtiveram um nível de pH da solução altamente alcalino, variando entre 11,94 e 11,99. Ainda, no estudo de Fridland, Rosado e Eng (2005), o pH elevado variou entre 11,00 e 12,00 e as amostras foram mantidas em meio aquoso ao longo de todo o estudo. Bortoluzzi et. al. (2009) observaram que aumentou significativamente o pH de MTA branco no período imediato. Duarte et. al. (2012) encontraram que, exceto para WPC/CT às 168 horas, todos os materiais promoveram um pH alcalino. O pH alcalino é um dos responsáveis pela capacidade de bioatividade do MTA (GANDOLFI, et. al. 2010). Torabinejad et. al. (1995) encontraram valores de pH para o ProRoot[®] MTA cinza, às 3 horas, da ordem de 12, 5, porém, esses valores foram encontrados após a imersão direta do cimento na solução, o que pode alterar sobremaneira os valores e não representa as condições clínicas às quais os materiais são expostos. E ainda, outro fator a ser considerado neste estudo, que se diferencia com os demais estudos citados, é que ao invés de pastilhas, como os dos estudos que seguiram a norma ISO/ADA, a metodologia empregada neste estudo foi de réplicas de raízes de dentes em acrílicos, o que diminuiu a área de contato, havendo menor liberação de hidróxido de cálcio e, conseqüentemente, menor liberação de íons de hidroxila, desta forma, o presente estudo aproximou-se muito mais da real situação clínica.

Outra propriedade analisada foi à avaliação da composição iônica de cada espécime dos grupos por espectroscopia de energia dispersiva (EDS), utilizando-se da microscopia eletrônica de varredura (MEV). No nosso estudo, pode-se notar a presença de elementos químicos como: carbono (C), nitrogênio (N), oxigênio (O), magnésio (Mg), alumínio (Al), silício (Si), fósforo (P), enxofre (S), cálcio (Ca), ferro (Fe), bismuto (Bi), assim como a composição do MTA. É importante ressaltar, que o cálcio (Ca) é o componente químico que se encontra em maior concentração. Entre os grupos, no GC o Ca é o que se destaca em maior volume, com 42,8%, isto devido ao GC não ter sido exposto há mais nenhum meio líquido além da água de presa, causando menor hidratação, que sugere que essa maior concentração encontrada esteja em forma de silicato de cálcio. Por outro lado, o GE-SF é o que se destaca com o menor volume de Ca, com 19,1%, devido o GE-SF ter sido exposto ao meio líquido com soro fisiológico, obtendo uma maior hidratação entre os grupos, conseqüentemente, uma maior produção de hidróxido de cálcio, favorecendo maior liberação de íons de hidroxila, maior solubilidade e com isso a menor concentração de Ca. Os estudos que se assemelham e

corroboram com os resultados deste estudo são os de Torabinejad et. al. (1995), que observaram que as moléculas principais presentes no MTA são os íons de cálcio e de fósforo, porém o fósforo só se deu devido a imersão em tampão de fosfato, portanto não é uma das moléculas principais. Parirokh e Torabinejad (2010) encontram que o MTA é composto de cálcio, sílica, e bismuto. Modificando apenas o método de análise da composição química, Sarkar et al. (2005), usaram em sua metodologia espectroscopia de emissão de plasma indutivamente acoplado-atômica e microscopia eletrônica de varredura, análise de energia dispersiva de raios-X e difração de raios x. Observaram que cálcio (Ca) é o íon dominante liberado do agregado trióxido mineral, reage com fosfatos do tecido em tecido fluido sintético, produzindo hidroxiapatita. A capacidade de selamento, biocompatibilidade e atividade dentinogênica do agregado trióxido mineral é atribuída a essas reações físico-químicas. Parirokh e Torabinejad (2010) analisaram o MTA e em suas propriedades químicas encontraram que o MTA pó contém finas partículas hidrofílicas que, na presença de umidade, estabelecem componentes elementares do MTA, que são o cálcio, a sílica, e o óxido de bismuto, sendo que o MTA é composto principalmente de tricálcico silicato e o óxido de bismuto. O óxido de bismuto no MTA fornece sua radiopacidade. Estudos relatam que as diferenças entre o MTA cinza e branco estão relacionadas com os diferentes líquidos utilizados para misturar o pó do MTA e os vários equipamentos usados para testar a sua composição. Garcia et al. (2011) estudaram a comparação qualitativa da constituição do cimento de Portland e MTA-Angelus[®] através de difração de raios X e observaram que qualitativamente o cimento Portland e o MTA são semelhantes entre si quanto aos seus elementos químicos, assim como encontrou o estudo de Centenaro e Palma (2011). Entretanto, se diferenciando dos estudos de até então, Marín-Bauza et al. (2011), por uma análise de espectrometria, mostraram que uma quantidade significativa de íons K⁺ e Zn²⁺ foram liberadas dos cimentos Apexit Plus[®] e Endofil[®], respectivamente. Ainda, Camilleri e Pitt (2006) encontraram que recentes estudos sobre os componentes dos materiais esclareceram que MTA é um cimento de silicato, em vez de uma mistura de óxido. Namazikhah et. al. (2008) observaram, na análise da microestrutura do agregado trióxido mineral, após a exposição de sua superfície a uma gama de ambientes ácidos durante a hidratação por microscopia electrónica de varrimento (MEV), que, em termos da microestrutura interna, não houve diferenças morfológicas distintas entre os grupos. No entanto, uma tendência observada foi que quanto mais a solução é ácida, mais extensa é a porosidade das amostras. E ainda Torabinejad et. al (1995); Asgary et. al. (2005); Camilleri et. al. (2005) apresentaram um achado importante, de se ressaltar que o MTA branco foi criado

pela exclusão dos componentes de ferro; não contém partículas tão grandes como o MTA cinza e, com isso, melhoram-se suas propriedades de manipulação clínica.

Assim, o nosso estudo corrobora com os estudos das propriedades físico-químicas. Por fim, este estudo é o pioneiro quanto à avaliação da solubilidade na influência do sangue em contato com o MTA, conforme pode ocorrer em algumas situações clínicas, principalmente em obturações retrógradas. Portanto, a comparação desse achado com outros estudos torna-se uma limitação encontrada, com isso fica exposta a necessidade de novos estudos para análise das propriedades físico-químicas do MTA quando em contato com o sangue. Por isso, fica como sugestão outras análises de situações do MTA em contato com o sangue em situações clínicas como da pulpotomia.

7 CONCLUSÃO

Com base na metodologia empregada e, considerando-se os resultados obtidos e a discussão pertinente, pode-se concluir que:

7.1 Em relação à solubilidade:

- Os grupos soro fisiológico e sangue, quando em contato, não interferiram na solubilidade do MTA branco Angelus[®] nas obturações retrógradas, e os dados obtidos quanto à solubilidade encontraram-se menor que 3%.

7.2 Em relação ao potencial hidrogênico (pH):

- O contato dos grupos soro fisiológico e sangue com o MTA branco Angelus[®] favoreceu maior liberação de íons de hidroxila, ou seja, maior pH em relação ao grupo controle.

7.3 Em relação à composição iônica através do EDS:

- Ocorreram pequenas variações em alguns picos pelo contato em meios líquidos e o principal elemento e de maior concentração foi o Cálcio (Ca) em todos os grupos na composição iônica do MTA branco Angelus[®].

REFERÊNCIAS

Aguilar FG, Garcia LFR, Rossetto HL, Pardini LC, Souza FCPP. Radiopacity Evaluation of Calcium Aluminate Cement Containing Different Radiopacifying Agents. **J Endod**, 37, 2011.

Ahmed A, Sana S. Mineral trioxide aggregate as a root end filling material: a review of the literature. **J Park Dent Assoc**, 18, 123-126, 2009.

American Society for Testing and Materials Standard test method for time and setting of hydraulic-cement paste by Gillmore needles. **ASTM C266-08**, 2008.

ANSI/ADA Specification no. 57, section 5.8. **American Dental Association Laboratory Testing Methods: Endodontic Filling and Sealing Materials**. Endodontic sealing materials, 2000.

Asgary S, Parirokh M, Eghbal MJ, Brink F. Chemical differences between white and gray mineral trioxide aggregate. **J Endod**, 31, 101–3, 2005.

Barbosa AVH, Cazal C, Nascimento DC de A, Valverde DFS, Valverde RS, Sobral APV. Propriedades do Cimento Portland e sua Utilização na Odontologia: Revisão de Literatura. **Pesq Bras Odontoped Clin Integr**, João Pessoa, 7, 89-94, 2007.

Basturk FB, Nekoofar MH, Gunday M, Dummer PM. The Effect of Various Mixing and Placement Techniques on the Compressive Strength of Mineral Trioxide Aggregate. **J Endod**, 39, 2013.

Bodanezi A, Bortoluzzi EA, Munhoz EA, Bernardineli N, Moraes IG, Bramante CM. Radiopacidade do cimento Portland adicionado de agentes Radiopacificadores em diferentes proporções. **Rev Inst Ciênc Saúde**, 27, 167-70, 2009.

Bodrumlu E. Biocompatibility of retrograde root filling materials: A review. **Aust Endod J**, 34, 30–35, 2008.

Borges AH, Pedro FLM, Miranda CES, Semenoff-Segundo A, Pécora JD, Cruz Filho AM. Comparative study of physico-chemical properties of MTA-based and Portland cements. **Acta Odontol. Latinoam**, 23, 175-181, 2010.

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**, 35, 550–4, 2009.

Bramante CM, Kato MM, Assis GF, Duarte MAH, Bernardineli N, Moraes IG, Garcia RB, Ordinola-Zapata R, Bramante AS. Biocompatibility and setting time of CPM-MTA and white Portland cement clinker with or without calcium sulfate. **J Appl Oral Sci.**, 21, 32-6, 2013.

Cavenago BC, Pereira TC, Duarte MAH, 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. **International Endodontic Journal**, 47, 120–126, 2014.

Camilleri J, Montesin FE, Brady K, Sweeney R, Curtis RV, Ford TR. The constitution of mineral trioxide aggregate. **Dent Mater**, 21, 297–303, 2005.

Camilleri J, Pitt Ford TR. Mineral trioxide aggregate: a review of the constituents and biological properties of the material. **International Endodontic Journal**, 39, 747–754, 2006.

Camilleri J. Characterization of hydration products of mineral trioxide aggregate. **International Endodontic Journal**, 41, 408–17, 2008.

Camilleri J. Evaluation of the physical properties of an endodontic Portland cement incorporating alternative radio-pacifiers used as root-end filling material. **International Endodontic Journal**, 43, 231–240, 2010.

Centenaro WLA, Palma LZ. Relato do uso de MTA (Trióxido Mineral Agregado) em caso de perfuração radicular de dente permanente. **Perspectiva**, Erechim, 35, 7-16, 2011.

Danesh G, Dammaschke T, Gerth HUV, Zandbiglari T, Schafer E. A comparative study of selected properties of ProRoot mineral trioxide aggregate and two Portland cements. **International Endodontic Journal**, 39, 213–219, 2006.

Dhani R, Singh KS, Bhuyan AC. Comparative study of physicochemical properties of MTA, Portland cements and Modified Portland cement as new endodontic cement. **JPBMS**, 14, 2012.

Dreger LAS, Felipe WT, Reyes-Carmona JF, Felipe GS, Bortoluzzi EA, Felipe MCS. Mineral Trioxide Aggregate and Portland cement Promote Biomineralization In Vivo. **J Endod**, 38, 2012.

Duarte MAH, Weckwerth PH, Weckwerth ACVB, Kuga MC, Simões JR de B. Avaliação da contaminação do MTA Angelus e do cimento Portland. **J Bras Clin Odontol Int**, Curitiba, 32, 155-157, 2002.

Duarte MAH, Demarchi ACCO, Yamashita JC, Kuga MC, Fraga SC. pH and calcium release of 2 root-end filling materials. **Oral Surg Med Oral Pathol**, 95, 345-7, 2003.

Duarte MAH, De Oliveira Demarchi AC, Yamashita JC, et al. Arsenic release provided by MTA and Portland cement. **Oral Sur Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod**, 99, 648–50, 2005.

Estrela C, Bammann LL, Estrela CR, Silva RS, Pécora JD. Antimicrobial and Chemical Study of MTA, Portland cement, Calcium Hydroxide Paste, Sealapex and Dycal. **Braz Dent**, 11, 3-9, 2000.

- Frederico PG, Lanza CRM, Aranha AMF, Hebling J, Costa CAS. 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**, 35, 319-326, 2006.
- Fridland M, Rosado R. Mineral Trioxide Aggregate (MTA) solubility and porosity with different water-to-powder ratios. **J Endod**, 29, 814-7, 2003.
- Fridland M, Rosado R. MTA solubility: a long term study. **J Endod**, 31, 376-9, 2005.
- Formosa LM, Mallia B, Bull T, Camilleri J. The microstructure and surface morphology of radiopaque tricalcium silicate cement exposed to different curing conditions. **Dental materials**, 2, 584-595, 2012.
- Gandolfi MG, Taddei P, Tinti A, Prati C. Apatite-forming ability (bioactivity) of ProRoot MTA. **International Endodontic Journal**, 43, 917-929, 2010.
- Garcia A, Machado MEL, Britto MLB, Nabeshima CK, Massaro H. Comparação qualitativa da constituição do cimento de Portland e MTA-Angelus® através de difração de raios X. **J Health Sci Inst.**, 29, 89-91, 2011.
- Gil AMC, Herrera LH, Generalidades del agregado de trióxido mineral (MTA) Y Su aplicación em odontologia: Revisión de la literatura. **Acta Odontológica Venezolana**, 45, 2007.
- Gonçalves JL, Viapiana R, Miranda CES, Borges AH, Cruz Filho AM. Evaluation of physico-chemical properties of Portland cements and MTA. **Braz Oral Res.**, 24, 277-83, 2010.
- Holland R, de Souza V, Delgado RJM, Murata MM. Agregado de Trióxido Mineral (MTA): Composição, Mecanismo de Ação, Comportamento Biológico e Emprego Clínico. **Revista Ciências Odontológicas**, Marília, 5, 7-21, 2002.
- Holland R, de Souza V, Nery MJ et al. Calcium salts deposition in rat connective tissue after the implantation of calcium hydroxide-containing sealers. **J Endod**, 28,173-6, 2002.
- Hungaro Duarte MA, de Oliveira El Kadre GD, Vivan RR, Guerreiro Tanomaru JM, Tanomaru Filho M, de Moraes IG. Radiopacity of Portland cement associated with different radiopacifying agents. **J Endod**, 35, 737-40, 2009.
- Hungaro Duarte MA, Minotti PG, Rodrigues CT et al. Effect of different radiopacifying agents on the physico-chemical properties of white Portland cement and white mineral trioxide aggregate. **J Endod**, 38, 394-7, 2012.
- International Organization for Standardization Dental root canal sealing materials **ISO 6786, 2001.**
- Islam I, Chng HK, Yap AU. Comparison of the physical and mechanical properties of MTA and Portland cement. **J Endod**, 32, 193-7, 2006.

Jacobovitz M, Pappen FG, Lima RKP. Obturação com MTA associada à cirurgia parodontológica no retratamento de reabsorção radicular apical externa – relato de caso. **RSBO**, 6, 2009.

Jeong YN, Yang SY, Park BJ, Park YJ, Hwang YC, Hwang IN, Oh WM. Physical and chemical properties of experimental mixture of mineral trioxide aggregate and glass ionomer cement. **JKACD**, 35, 2010.

Kharat N, Khan MI, Singhai A, Dutt A. Mineral Trioxide Aggregate (MTA) ‘A versatile Endodontic Material’. **J Cont Med A Dent**, 2, 2014.

Lee ES. A New Mineral Trioxide Aggregate Root-End Filling Technique. **J Endod**, 26, 2000.

Lourenço Neto N, Marques NCT, Fernandes AP, Rodini CO, Duarte MAH, Lima MC, Machado MAAM, Abdo RCC, Oliveira TM. Biocompatibility of Portland cement combined with different radiopacifying agents. **Journal of Oral Science**, 56, 29-34, 2014.

Malhotra N, Agarwal A, Mala K. Mineral Trioxide Aggregate: A review of physical properties. **AEGIS Communications**, 34, 2013.

Marciano MA, Guimarães BM, Ordinola-Zapata R, Bramante CM, Cavenago BC, Garcia RB, Bernardinelli N, Andrade FB, Moraes IG, Duarte MAH. Physical Properties and Interfacial Adaptation of Three Epoxy Resin-based Sealers. **J Endod**, 2011.

Marín-Bauza GA, Silva-Sousa YTC, Cunha SA, Rached-Junior FJA, Bonetti-Filho I, Sousa-Neto MD, Miranda CES. Physicochemical properties of endodontic sealers of different bases. **J Appl Oral Sci.**, 2011.

Menezes R, Silva Neto UX, Carneiro E, Letra A, Bramante, Bernadinelli N. MTA Repair of a Supracrestal Perforation: A Case Report. **J Endod**, 31, 2005.

Miñana-Gómez M. O agregado de trióxido mineral (MTA) em Endodontia. **RCOE**, 7, 2002.

Mota CCB, Brasil CMV, Carvalho NR, Beatrice LCS, Teixeira HM, Nascimento ABL, SILVA CHV. Propriedades e aspectos biológicos do agregado trióxido mineral: revisão da literatura. **Rev Odontol UNESP**, Araraquara, 39, 49-54, 2010.

Namazikhah MS, Nekoofar MH, Sheykhrezae MS, Salariyeh S, Hayes SJ, Bryant ST, Mohammadi MM, Dummer PMH. The effect of pH on surface hardness and microstructure of mineral trioxide aggregate. **International Endodontic Journal**, 41, 108–116, 2008.

Nekoofar MH, Adusei G, Sheykhrezae MS, Hayes SJ, Bryant ST, Dummer PMH. The effect of condensation pressure on selected physical properties of mineral trioxide aggregate. **International Endodontic Journal**, 40, 453–61, 2007.

Nekoofar MH, Stone DF, Dummer PMH. The effect of blood contamination on the compressive strength and surface microstructure of mineral trioxide aggregate. **International Endodontic Journal**, 43, 782-791, 2010.

Nekoofar MH, Aseeley Z, Dummer PMH. The effect of various mixing techniques on the surface microhardness of mineral trioxide aggregate. **International Endodontic Journal**, 43, 312–20, 2010.

Nekoofar MH, Oloomi K, Sheykhrezae MS, Tabor R, Stone DF, Dummer PMH. An evaluation of the effect of blood and human serum on the surface microhardness and surface microstructure of mineral trioxide aggregate. **International Endodontic Journal**, 43, 849–858, 2010.

Oliveira IR, Pandolfelli VC. Propriedades e bioatividade de um cimento endodôntico à base de aluminato de cálcio. **Cerâmica**, 57, 364–370, 2011.

Oraie E, Ghassemi AR, Eliasifar G, Sadeghi M, Shahravan A. Apical Sealing Ability of MTA in Different Liquid to Powder Ratios and Packing Methods. **Iranian Endodontic Journal**, 7, 5–9, 2012.

Parirokh M, Torabinejad M. Mineral trioxide aggregate: a comprehensive literature review—Part I: chemical, physical, and antibacterial properties. **J Endod**, 36,16–27, 2010.

Parirokh M, Torabinejad M. Mineral Trioxide Aggregate: A Comprehensive Literature Review-Part III: Clinical Applications, Drawbacks, and Mechanism of Action. **J Endod**, 36, 2010.

Poggio C, Lombardini M, Alessandro C, Simonetta R. Solubility of Root-end-Filling Materials: A Comparative Study. **J Endod**, 33, 2007.

Porter ML, Bertó A, Primus CM, Watanabe I. Physical and Chemical Properties of New-generation Endodontic Materials. **J Endod**, 36, 2010.

Rao A, Rao A, Shenoy R. Mineral Trioxide Aggregate – A Review. **The Journal of Clinical Pediatric Dentistry**, 34, 2009.

Reiss-Araújo CJ, Paim KS, Rios MA, Albuquerque DS, Baratto Filho F, Vanni JR. Comparative histological study between MTA and Portland cement. **RSBO**, 5, 2008.

Reyes-Carmona JF, Felipe MS, Felipe WT. Biomineralization ability and interaction of mineral trioxide aggregate and white Portland cement with dentin in a phosphate-containing fluid. **J Endod**, 35, 731–6, 2009.

Ribeiro DA, Duarte MA, Matsumoto MA, et al. Biocompatibility in vitro tests of mineral trioxide aggregate and regular and white portland cement. **J Endod**, 31, 605–7, 2005.

Roberts HW, Toth JM, Berzins DW, Charlton DG. Mineral trioxide aggregate material use in endodontic treatment: A review of the literature. **Dental materials**, 2, 149–164, 2008.

Saghiri MA, Ricci J, Joupari MD, Aeinehchi M, Ahmadi K, Bahramian N. A Comparative Study of MTA Solubility in Various Media. **Iranian Endodontic Journal**, 6, 21–24, 2011.

Saghiri MA, Garcia-Godoy F, Gutmann JL, Sheibani N, Asatourian A, Lotfi M, Elyasi M. Removal of White Mineral Trioxide Aggregate Cement: A Promising Approach. **BioMed Research International**, 2013.

Saidon J, He J, Zhu Q, Safavi K, Spangberg L. Cell and tissue reactions to mineral trioxide aggregate and Portland cement. **Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod**, 95:483-9, 2003.

Santos AD, et. al. Physico-chemical properties of MTA and a novel experimental cement. **Int Endod J**, Oxford, 38, 443-447, 2005.

Sarkar NK, Caicedo R, Ritwik P, Moiseyeva R, Kawashima I. Physicochemical Basis of the Biologic Properties of Mineral Trioxide Aggregate. **J Endod**, 31, 2005.

Shah PMM, Chong BS, Sidhu SK, Pitt Ford TR. Radiopacity of potential root-end filling materials. **Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod**, 81, 476-9, 1996.

Shahi S, Yavari HR, Rahimi S, Eskandarinezhad M, Shakouei S, Unchi M. Comparison of the sealing ability of mineral trioxide aggregate and Portland cement used as root-end filling materials. **Journal of Oral Science**, 53, 517-522, 2011.

Shakouie S, Mohammad S, Shahriar S, Saeed R, Amir Y, Mohammad FR, Sahar SA. Sealing ability comparison of mineral trioxide aggregate in root-end cavities prepared with ultrasonic and Er,Cr:YSGG laser. **African Journal of Biotechnology**, 36, 8906-8911, 2012.

Silva WJ, Souza PHC, Rosa EAR, Cury AADB, Rached RN. Mineral trioxide aggregate as root canal filling material: comparative study of physical properties. **Rev. Odonto ciênc**, 25, 386-390, 2010.

Song JS, Mante FK, Romanow WJ, Kim S. Chemical analysis of powder and set forms of Portland cement, gray ProRoot MTA, white ProRoot MTA, and gray MTA-Angelus. **Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod**, 102, 809-15, 2006.

Steffen R, Waes H van. Understanding mineral trioxide aggregate/Portland-cement: A review of literature and background factors. **European Archives of Paediatric Dentistry**, 10, 2009.

Storm B, Eichmiller FC, Tordik PA, Goodell GG. Setting Expansion of Gray and White Mineral Trioxide Aggregate and Portland Cement. **J Endod**, 34, 2008.

Tanomaru-Filho M, Morales V, da Silva GF, Bosso R, Reis JMSN, Duarte MAH, Tanomaru JMG. Compressive Strength and Setting Time of MTA and Portland cement Associated with Different Radiopacifying Agents. **ISRN Dentistry**, 2012.

Toptancı IR, Dalli M, Çolak H. The Composition and Biologic Actions of Mineral Trioxide Aggregate: A Review. **Konuralp Tıp Dergisi**, 5, 70-74, 2013.

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

- Torabinejad M, Higa RK, McKendry DJ, Pitt Ford TR. Dye leakage of four root end filling materials: effects of blood contamination. **J Endod**, 20, 159–63, 1994.
- Torabinejad M, Hong CU, McDonald F, Pitt Ford TR. Physical and chemical properties of a new root-end filling material. **J Endod**, 21, 349–53 1995a.
- Torabinejad M, Hong CU, Pitt Ford TR, Kariyawasam SP. Tissue reaction to implanted super-EBA and mineral trioxide aggregate in the mandible of guinea pigs: a preliminary report. **J Endod**, 21, 569–71, 1995b.
- Torabinejad M, Hong CU, Pitt Ford TR, Kettering JD. Antibacterial effects of some root end filling materials. **J Endod**, 21, 403–6, 1995c.
- Torabinejad M, Hong CU, Lee SJ, Monsef M, Pitt Ford TR. Investigation of Mineral Trioxide Aggregate for Root-End Filling in Dogs. **J Endod**, 21, 1995.
- Torabinejad M, Rastegar AF, Kettering JD, Pitt Ford TR. Bacterial Leakage of Mineral Trioxide Aggregate as a Root-End Filling Material. **J Endod**, 21, 1995.
- Torabinejad M, Hong CU, Pitt Ford TR, Kettering JD. Cytotoxicity of Four Root End Filling Materials. **J Endod**, 21, 1995.
- Torabinejad M, Wilder Smith P, Kettering JD, Pitt Ford TR. Comparative investigation of marginal adaptation of mineral trioxide aggregate and other commonly used root-end filling materials. **J Endod**, 21, 295-9, 1995.
- Torabinejad M, Pitt Ford TR. Root end filling materials: a review. **Endod Dent Traumatol**, 12, 161–78, 1996.
- Torabinejad M, Pitt Ford TR, McKendry DJ, Abedi HR, Miller DA, Kariyawasam SP. Histologic assessment of mineral trioxide aggregate as a root-end filling in monkeys. **J Endod**, 23, 225–8, 1997.
- Torabinejad M, Chivian N. Clinical Applications of Mineral Trioxide Aggregate. **J Endod**, 25, 1999.
- Torabinejad M, Parirokh M. Mineral Trioxide Aggregate: A Comprehensive Literature Review-Part II: Leakage and Biocompatibility Investigations. **J Endod**, 36, 2010.
- Vasconcelos BC. **Avaliação de algumas propriedades físico-químicas de cimentos retrobturadores à base de agregado trióxido mineral e de um cimento epóxico experimental**. 2006. 162p. Dissertação (Mestrado em Odontologia) – Faculdade de Odontologia de Bauru, Universidade de São Paulo, Bauru, 2006.
- Viola NV, Tanomaru Filho M, Cerri OS. MTA versus Portland cement: review of literature. **RSBO**, 8, 446-52, 2011.

Vivan RR, Zapata RO, Zeferino MA et. al. Evaluation of the physical and chemical properties of two commercial and three experimental root-end filling materials. **Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod**, 110, 250–6, 2010.

Weckwerth PH, Machado ACO, Kuga MC, Vivan RR, Polleto RS, Duarte MAH. Influence of Radiopacifying Agents on the Solubility, pH and Antimicrobial Activity of Portland Cement. **Braz Dent J**, 23, 515-520, 2012.

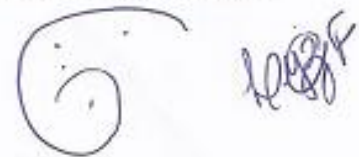
Wucherpfennig AL, Green DB. Mineral trioxide vs. Portland cement: two compatible filling materials [abstract]. **J Endod**, 25, 308, 1999.

ANEXOS

ANEXO A

TERMO DE CONSENTIMENTO LIVRE E ESCLARECIDO

Gostaríamos de convidá-lo a participar da pesquisa intitulada, A interferência do sangue na solubilidade e pH das obturações retrógradas de MTA branco Ângelus® utilizando-se do Micro CT e MEV, que faz parte do curso, Programa de Pós-Graduação Mestrado em Odontologia Integrada e é orientada pelo prof. Dr. Carlos Alberto Herrero de Moraes da Universidade Estadual de Maringá. O objetivo da pesquisa é quanto à interferência do MTA branco Angelus® (Angelus, Londrina-Pr, Brasil) em contato com o sangue e com soro fisiológico, verificando se há alteração nas propriedades físicas deste MTA, quanto à solubilidade (análise volumétrica) por meio do Micro CT, avaliação do nível de pH e sua microestrutura através da análise por microscópio eletrônico de varredura. Para isto a sua participação é muito importante, e ela se daria da seguinte forma: coletar uma seringa de 10 ml de amostra de sangue fresco na clínica Odontológica da UEM, o procedimento se dá assim como quando se realiza um exame de sangue seguindo os mesmo parâmetros, utilizando seringa estéril e própria de coleta de sangue, garrote necessário para o braço como recomendado, bem como uma enfermeira responsável por realizar o procedimento, para que com o material coletado possamos coloca-lo em contato com os espécimes do grupo teste expostos ao sangue humano integral fresco, será coletado junto a uma enfermeira garantindo a execução do procedimento. Informamos que poderão ocorrer erros de procedimento durante a coleta através da enfermeira são: usar agulhas de calibre muito fino ou muito grosso; aspirar o sangue violentamente após atingir a veia; produzir estase venosa prolongada pelo uso do garrote; erro na direção da agulha; transfixação da veia; formação de edema após a punção por extravasamento de sangue sob pele e por fim ter a necessidade de repetir o procedimento, sendo o maior desconforto a introdução da agulha para a coleta do sangue, e deixamos claro mais uma vez que para que seja feito em maior segurança será realizado juntamente com uma enfermeira

Handwritten signature and initials in blue ink, consisting of a large circular mark and the letters 'LH' followed by a flourish.

habilitada para execução do procedimento em um local seguro com todos os equipamentos esterilizados e necessários assim como todos realizam um exame de sangue de rotina, seguirá os mesmos regimentos, porém não há necessidade de nenhuma restrição alimentícia e nem de estar em jejum. Gostaríamos de esclarecer que sua participação é totalmente voluntária, e, podendo você: recusar-se a participar, ou mesmo desistir a qualquer momento sem que isto acarrete qualquer ônus ou prejuízo à sua pessoa. Enfatizamos que o sujeito da pesquisa terá o livre arbítrio para doar a amostra de sangue para proteger vulneráveis. Informamos ainda que as informações serão utilizadas somente para os fins desta pesquisa, e serão tratadas com o mais absoluto sigilo e confidencialidade, de modo a preservar a sua identidade. Os benefícios esperados são que com a coleta vamos conseguir expor os espécimes do grupo teste ao sangue e assim realizar a análise de solubilidade o que nos dará os resultados principais dos valores da solubilidade na máquina específica, sendo o que buscamos nessa pesquisa e poder comparar com os demais grupos. Caso você tenha mais dúvidas ou necessite maiores esclarecimentos, pode nos contatar nos endereços abaixo ou procurar o Comitê de Ética em Pesquisa da UEM, cujo endereço consta deste documento. Este termo deverá ser preenchido em duas vias de igual teor, sendo uma delas, devidamente preenchida e assinada entregue a você. Além da assinatura nos campos específicos pelo pesquisador e por você, solicitamos que sejam rubricadas todas as folhas deste documento. Isto deve ser feito por ambos (pelo pesquisador e por você, como sujeito ou responsável pelo sujeito de pesquisa) de tal forma a garantir o acesso ao documento completo.

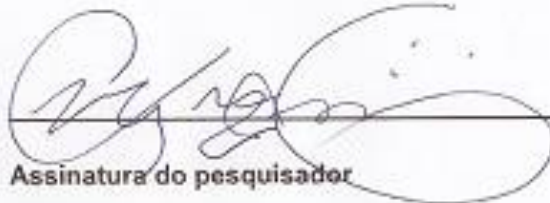
Eu, Cristina Turquim Banali, declaro que fui devidamente esclarecido e concordo em participar VOLUNTARIAMENTE da pesquisa coordenada pelo Prof. Dr. Carlos Alberto Herrero de Moraes.

Cristina Turquim Banali Data: 10.10.14




Assinatura ou impressão datiloscópica

Eu, Carlos Alberto Herrero de Moraes.....(nome do pesquisador ou do membro da equipe que aplicou o TCLE), declaro que forneci todas as informações referentes ao projeto de pesquisa supra-nominado.



Assinatura do pesquisador

Data: 18/06/14.....

Qualquer dúvida com relação à pesquisa poderá ser esclarecida com o pesquisador, conforme o endereço abaixo:

Nome: Carlos Alberto Herrero de Moraes

Endereço: R. Macapá, 63, J. social, Maringá-Pr

(telefone/e-mail) (44) 3028-9083 / caherrero@endodontiamaringa.com.br

Qualquer dúvida com relação aos aspectos éticos da pesquisa poderá ser esclarecida com o Comitê Permanente de Ética em Pesquisa (COPEP) envolvendo Seres Humanos da UEM, no endereço abaixo:

COPEP/UEM

Universidade Estadual de Maringá.

Av. Colombo, 5790. Campus Sede da UEM.

Bloco da Biblioteca Central (BCE) da UEM.

CEP 87020-900. Maringá-Pr. Tel: (44) 3261-4444

E-mail: copep@uem.br



ANEXO B



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE
MARINGÁ



PARECER CONSUBSTANCIADO DO CEP

DADOS DO PROJETO DE PESQUISA

Título da Pesquisa: ANÁLISE DO EFEITO DO SANGUE NAS PROPRIEDADES FÍSICAS E À MICROESTRUTURA (MEV) DO MTA Angelus BRANCO

Pesquisador: Carlos Alberto Herrero de Moraes

Área Temática:

Versão: 4

CAAE: 28585814.4.0000.0104

Instituição Proponente: CCS - Centro de Ciências da Saúde

Patrocinador Principal: Financiamento Próprio
MINISTERIO DA EDUCACAO

DADOS DO PARECER

Número do Parecer: 781.233

Data da Relatoria: 28/07/2014

Apresentação do Projeto:

A contaminação por sangue e fluidos teciduais do agregado trióxido mineral (MTA) é usual em ambiente clínico no qual a umidade está sempre presente. O objetivo desse estudo será avaliar se a presença de sangue, água destilada e soro fisiológico em contato com MTA - Angelus® branco promovem alguma interferência na resistência desses materiais quanto à força de compressão e em sua microestrutura (MEV). Trata-se de um estudo experimental, cuja amostra do estudo será 40 espécimes cilíndricos de cimento MTA branco preparados na proporção 1g de cimento para 0.33g de água destilada e expostos aleatoriamente a diferentes meios: grupo 1: controle, grupo 2: soro fisiológico; grupo 3: água destilada; grupo 4: sangue humano fresco. A força de compressão de cada espécime será mensurada usando uma máquina de teste universal, e sua microestrutura através da avaliação utilizando-se da microscopia eletrônica de varredura (MEV). Como análise estatística será utilizado uma análise de variância (ANOVA) com $p < 0,05$ e avaliação entre os grupos utilizando-se teste de Tukey para avaliação da resistência à força de compressão. Na análise da microscopia eletrônica de varredura será realizado fotomicrografias de um espécime de cada grupo e será descrito as suas alterações morfológicas.

Endereço: Av. Colombo, 5790, UEM-PPG
 Bairro: Jardim Universitário CEP: 87.020-900
 UF: PR Município: MARINGÁ
 Telefone: (44)3011-4444 Fax: (44)3011-4518 E-mail: copep@uem.br



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE
MARINGÁ



Continuação do Parecer: 781.233

Objetivo da Pesquisa:

O objetivo desse estudo será avaliar se a presença de sangue, água destilada e soro fisiológico em contato com MTA- Angelus® branco promovem alguma interferência na resistência desses materiais quanto à força de compressão e em sua microestrutura (MEV).

Avaliação dos Riscos e Benefícios:

Avalia-se que os possíveis riscos a que estarão submetidos os sujeitos da pesquisa serão suportados pelos benefícios apontados.

Comentários e Considerações sobre a Pesquisa:

O protocolo de pesquisa restou pendente anteriormente para que o pesquisador adequasse o N amostral na folha de rosto e para que apresentasse explicações sobre a não necessidade de jejum e nenhuma necessidade de preparação especial para a coleta de sangue. Afirmou que a coleta será feita por uma enfermeira, mas não mencionava o local, e nem documento comprobatório do enfermeiro responsável/local destinado à coleta de sangue; Na versão anterior apresentada ao Copep apresentou um modelo do TCLE adequado, mas ainda não esclareceu o fato de ter anexado um TCLE assinado por um vulnerável (membro da equipe); Os riscos descritos referem-se à coleta de sangue do voluntário, mas a descrição dos riscos não estava de acordo com a resolução vigente. Na atual versão, o pesquisador apresenta a adequação das pendências.

Considerações sobre os Termos de apresentação obrigatória:

Apresentou Folha de rosto assinada; Termo de consentimento livre e esclarecido adequado e anexado agora em modelo e em forma de carta convite; Declaração de enfermeira que fará a coleta de sangue; Explicações quanto a origem do financiamento anexadas.

Recomendações:

Conclusões ou Pendências e Lista de Inadequações:

O Comitê Permanente de Ética em Pesquisa Envolvendo Seres Humanos da Universidade Estadual de Maringá é de parecer favorável à aprovação do protocolo de pesquisa apresentado.

Situação do Parecer:

Aprovado

Necessita Apreciação da CONEP:

Não

Endereço: Av. Colombo, 5790, UEM-PPG
 Bairro: Jardim Universitário CEP: 87.020-900
 UF: PR Município: MARINGÁ
 Telefone: (44)3011-4444 Fax: (44)3011-4518 E-mail: copep@uem.br



Continuação do Parecer: 781.233

Considerações Finais a critério do CEP:

Face ao exposto e considerando a normativa ética vigente, este Comitê se manifesta pela aprovação do protocolo de pesquisa em tela.

MARINGÁ, 06 de Setembro de 2014

Assinado por:
Ricardo Cesar Gardiolo
(Coordenador)