

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE JUIZ DE FORA
FACULDADE DE ODONTOLOGIA
ODONTOLOGIA**

André Luis Martins Leal

**ANÁLISE DA COMPOSIÇÃO QUÍMICA DOS CIMENTOS MTA ÂNGELUS®
CINZA E BRANCO, MTA REPAIR HP® E BIO-C REPAIR® ATRAVÉS DE
MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV) ACOPLADA A
ESPECTRÔMETRO DE ENERGIA DISPERSIVA (EDS)**

Juiz de Fora

2023

ANDRÉ LUIS MARTINS LEAL

**ANÁLISE DA COMPOSIÇÃO QUÍMICA DOS CIMENTOS MTA ÂNGELUS®
CINZA E BRANCO, MTA REPAIR HP® E BIO-C REPAIR® ATRAVÉS DE
MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV) ACOPLADA A
ESPECTRÔMETRO DE ENERGIA DISPERSIVA (EDS)**

Monografia apresentada à Disciplina de Trabalho de Conclusão de Curso de Graduação de Odontologia, da Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Juiz de Fora, como requisito parcial para obtenção do título de Cirurgião-Dentista.

Orientadora: Prof^a. Dr^a Anamaria Pessôa Pereira Leite

Juiz de Fora

2023

Ficha catalográfica elaborada através do programa de geração automática da Biblioteca
Universitária da UFJF, com os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

Leal, André Luis Martins.

Análise da composição química dos cimentos MTA Ângelus® cinza e branco, MTA Repair
HP® e Bio-C Repair® através de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) acoplada a
Espectrômetro de Energia Dispersiva (EDS) / André Luis Martins Leal. -- 2023.

50 f.

Orientadora: Anamaria Pessôa Pereira Leite Trabalho de Conclusão de Curso (graduação) -
Universidade Federal de Juiz de Fora, Faculdade de Odontologia, 2023

. 1. MTA Angelus. 2. EDS. 3. Bio-C Repair. I. Leite, Anamaria Pessôa Pereira.



UNIVERSIDADE FEDERAL DE JUIZ DE FORA
REITORIA - FACODONTO - Coordenação do Curso de Odontologia

ANDRÉ LUÍZ MARTINS LEAL

**Análise da composição química dos cimentos MTA
Ângelus cinza e branco, MTA Repair HP e Bio- C Repair através de
microscopia eletrônica de varredura (MEV) acoplada a espectrometro de
energia dispersiva (EDS)**

Trabalho de conclusão de curso apresentado à Faculdade de Odontologia da
Universidade Federal de Juiz de Fora como requisito parcial à obtenção do título
de Cirurgião-Dentista.

Aprovada em 03 de agosto de 2023.

BANCA EXAMINADORA

Profª. Drª. Anamaria Pessoa Pereira Leite
Universidade Federal de Juiz de Fora

Prof. Dr. Antônio Márcio Resende do Carmo
Universidade Federal de Juiz de Fora

Prof. Dr. Renato Cilli
Universidade Federal de Juiz de Fora

Dedico este trabalho, em especial, aos meus pais pelo apoio em todos momentos, e também a todos meus amigos que me acompanharam de perto, torcendo pelo sucesso desse trabalho.

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a Deus por me conduzir durante todo esse caminho e me dar a oportunidade de fazer um trabalho relevante como esse. Agradeço aos meus pais **Marcus Vinícius Leal Henrique e Creusa Barboza Martins** pelo apoio incessante aos meus sonhos, sem vocês nada disso seria possível. Agradeço também a minha irmã **Maria Luiza Braga Leal**, por todo tempo de companheirismo morando comigo em Juiz de Fora, você foi essencial para essa conquista. Agradeço a todos meus amigos da faculdade, em especial ao **Luiz Eduardo, Ítalo Scio e Guilherme Henrique**, vocês fizeram o caminho ser mais tranquilo. Agradeço à minha namorada, **Maíra Mussi Moreira Franco** pelo companheirismo e suporte em todos momentos difíceis da faculdade, especialmente na ida ao Rio de Janeiro para fazer as análises de EDS, você foi essencial nessa caminhada. Além do mais, sou imensamente grato ao **Laboratório de Microscopia do Instituto Militar de Engenharia**, juntamente do seu diretor, o **Dr. Marcelo Henrique Prado da Silva**, que me recebeu tão bem para a realização das análises, sendo, dessa forma, essencial para que esse trabalho fosse feito. Finalmente, à minha orientadora e “mãe endodôntica”, **Anamaria Pessoa Pereira Leite**, que me trouxe para o caminho da endodontia, estendo meus agradecimentos. O apoio e suporte que a Sra. Me deu durante esses meses para a confecção desse trabalho foi essencial, agradeço muito pela confiança depositada em mim, tanto no âmbito desse trabalho, quanto na prática clínica. Além do mais, devo agradecer aos mestres: **Dr. Celso Neiva Campos, Dr. Antônio Márcio Rezende do Carmo e Nathália Vianelli Maurício**, profissionais com os quais tive o prazer de aprender sobre essa ciência tão linda que é a Endodontia.

Muito obrigado !!

EPÍGRAFE

“Se você tem o desejo, as ferramentas e a habilidade, todo dia é uma oportunidade de salvar um sorriso. “

(Rui Pereira da Costa)

LEAL, A. L. M. **Análise da composição química dos cimentos MTA Angelus branco, cinza, MTA HP Repair e Bio-C Repair através de microscopia eletrônica de varredura (MEV) acoplada a espectrômetro de energia dispersiva (EDS).** Juiz de Fora (MG), 2023.50f. Monografia (Curso de Graduação em Odontologia) – Faculdade de Odontologia, Universidade Federal de Juiz de Fora.

RESUMO

O objetivo do trabalho foi analisar a composição química dos cimentos MTA Angelus® branco, cinza, Repair HP® e Bio-C Repair®. Para tanto, foram confeccionados 5 corpos de prova de cada tipo de cimento estudado, com diâmetro de 4mm e altura de 1 mm, em Stubs utilizando fita condutora de carbono dupla face. Esse conjunto foi levado a campânula do metalizador, no qual uma fina camada de elemento condutor foi depositada na superfície para que os elétrons pudessem ser conduzidos. Em seguida, as amostras foram analisadas com auxílio de um microscópio eletrônico de varredura acoplado ao aparelho de espectrometria de energia dispersiva. Os dados coletados foram submetidos ao teste estatístico Kolmogorov-Smirnov para definir a normalidade dos dados. Os elementos químicos que apresentaram distribuição normal (média de 5%) foram submetidos ao teste ANOVA e o teste Kruskal-Wallis foi aplicado naqueles que apresentaram distribuição assimétrica. Após a análise dos elementos químicos, foram observados para o MTA branco: O, Na, K, Mg, Al, Si, Ca e Bi; para o MTA cinza: O, Mg, Al, Si, Ca, Bi, Fe e S; para o Repair HP: O, Al, Mg, Si, Ca, Fe, Sr, C, Rb e W; e para o Bio-C Repair: C, O, Ca, Si, Na, Al, Zr. Desta forma, 14 elementos químicos foram identificados nas amostras analisadas: O, Na, Al, Mg, Si, S, K, Ca, Fe, Sr, Bi, C, Rb, W e Zr. Destes elementos, 5 foram encontrados em todos os cimentos estudados: O, Al, C, Si e Ca. O elemento Fe foi verificado nos cimentos MTA cinza e Repair. O Bismuto foi identificado nos cimentos branco e cinza. Os elementos Rb, W e C foram encontrados somente na nova formulação de MTA da Angelus®, o Repair HP®. O elemento Zr foi observado apenas nos espécimes do Bio-C Repair® Nas amostras analisadas, o Ca e o O foram os que se apresentaram em maior quantidade.

PALAVRAS-CHAVE: MTA Angelus, EDS, composição química

LEAL, A. L. M. **Análise da composição química dos cimentos MTA Ângelus® branco, cinza, MTA HP Repair® e Bio-C Repair® através de microscopia eletrônica de varredura (MEV) acoplada a espectrômetro de energia dispersiva (EDS).** Juiz de Fora (MG), 2023.50f. Monografia (Curso de Graduação em Odontologia) – Faculdade de Odontologia, Universidade Federal de Juiz de Fora.

ABSTRACT

This essay aimed to analyze the chemical composition of the cements MTA Angelus® white, gray, Repair HP® and Bio-C Repair®. In order to accomplish that, 5 proof bodies out of every type of cement that was studied were made, with a diameter of 4mm and height of 1mm, then fixed in Stubs utilizing carbon double-sided conductive tape. This set was taken to the metallizer campanula, on which a thin coating of gold was deposited on the surface in order to conduct the electrons. Next, the samples were analyzed with help from a scanning electron microscope attached to the dispersive energy spectrometer device. The data collected was subjected to the statistic test Kolmogorov-Smirnov to define the normality of the data. The chemical elements that presented normal distribution (average of 5%) were subjected to the ANOVA test and the Kruskal-Wallis test was applied on those that showed asymmetrical distribution. After the analysis of the chemical elements, it was observed for the white MTA: O, Na, K, Mg, Al, Si, Ca and Bi; for the gray MTA: O, Mg, Al, Si, Ca, Bi, Fe and S; Repair HP: O, Al, Mg, Si, Ca, Fe, Sr, C, Rb and W and Bio-C Repair: O, C, Ca, Si, Zr, Na and Al. Thus, 14 chemical elements were identified in the analyzed samples: O, Na, Al, Mg, Si, S, K, Ca, Fe, Sr, Bi, C, Rb, W and Zr. Out of all these elements, 5 were found on all of the fomulas studied: O, Al, C, Si e Ca. The elemento Fe was found only on the Gray MTA and MTA Repair HP. Bismuth was found only on White and Gray MTA. Rb and W were found only on the MTA Repair H®P. Zr was presente only on the specimens of Bio-C Repair®

KEY WORDS: MTA, ângelus, chemical compositio

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 – MTA branco.....	25
Figura 2 – MTA cinza.....	25
Figura 3 – MTA HP Repair.....	25
Figura 4 – Bio-C Repair.....	25
Figura 5 – MTA Branco em MEV.....	30
Figura 6 – MTA Cinza em MEV.....	30
Figura 7 – MTA HP Repair em MEV 10000X.....	31
Figura 8 – MTA HP Repair em MEV 2000X(L).....	31
Figura 9 – MTA HP Repair em MEV 2000X.....	31
Figura 10 – MTA HP Repair em MEV 500X.....	31
Figura 11 – Bio-C Repair em MEV 10000X.....	32
Figura 12 – Bio-C Repair em MEV 10000X.....	32
Quadro 1 - Elementos químicos presentes em cada material analisado no estudo.....	29

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Quantidade de amostras utilizadas no teste EDS, N° de pontos analisados em cada amostra, total de pontos analisados para cada material e total de pontos utilizados no estudo.....	27
--	----

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ABNT – Associação Brasileira de Normas Técnicas

Al – Alumínio

ANOVA – Análise de Variância

Bi – Bismuto

Bi₂O₃ – Óxido de Bismuto

C – Carbono

Ca – Cálcio

Ca⁺ – Íon Cálcio

CaOH₂ – Hidróxido de Cálcio

CaWO₄ – Tungstato de Cálcio

EDS – Energy Dispersive X-Ray spectrometer System

Fe - Ferro

INPE – Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais

IME-RJ – Instituto Militar de Engenharia- Rio de Janeiro

K - Potássio

kV – kilovoltagem

mA – miliampére

MEV – Microscopia Eletrônica de Varredura

Mg – Magnésio

min – minuto

mm – milímetro

MTA – Agregado de Trióxido Mineral

MTA B – MTA branco

MTA C – MTA cinza

MTA HP – MTA High Plasticity

Na – Sódio

nA– Nanoampére

O – Oxigênio

OH- – Íon Hidroxila

PR – Paraná

Rb – Rubídio

s – segundo

S – Enxofre

SA – Sociedade Anônima

Si – Silício

SP – São Paulo

Sr – Estrôncio

Unicamp – Universidade Estadual de Campinas

USA – United States of America

W – Tungstênio

Zr – Zircônio

ZrO₂ – Óxido de Zircônio

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO.....	16
2 PROPOSIÇÃO.....	19
3 ARTIGO CIENTÍFICO.....	20
REFERÊNCIAS.....	43
APÊNDICE.....	46
ANEXOS.....	48

INTRODUÇÃO

O Agregado Trióxido Mineral (MTA), foi desenvolvido na década de 90 na Universidade de Loma Linda (Califórnia, EUA) pelo professor iraniano Mahmoud Torabinejad, visando selar comunicações do meio externo e interno do dente, ainda que experimentalmente. No final da década, em 1999, a Dentsply (Dentsply Tulsa Dental, Johnson City, Tennessee, EUA) lançou no mercado a primeira formulação idealizada por Torabinejad, o ProRoot MTA. Posteriormente, em 2001, a Ângelus Soluções Odontológicas (Paraná, Brasil) lançou o MTA Ângelus na cor cinza, formulação na qual foi suprimido o sulfato de cálcio (gesso), conferindo um tempo de presa menor quando comparado ao ProRoot MTA. Em 2004 foi lançada o MTA Ângelus Branco, com partículas mais finas que o anterior e os compostos ferrosos removidos. (CAMILLERI, 2005; PARIROKH e TORABINEJAD 2010 (a); PARIROKH e TORABINEJAD, 2010 (b)).

Em função das propriedades biológicas e físico-químicas o MTA foi por muito tempo o material de primeira escolha para várias demandas clínicas, como: tampão cervical para clareamento; material retrobturador em cirurgias parodontodônticas; perfurações de assoalho e intrarradiculares; tampão apical no tratamento de dentes com apicogênese incompleta; indutor de apicificação; em situações de capeamento pulpar direto ou indireto e de endodontia regenerativa. (ESTRELA, C. et al. 2023; PARIROKH, M. e TORABINEJAD, M. 2010; PRATI e GANDOLFI, 2015, SONG et. al. 2020;). A capacidade reparadora do material se dá em função da presença dos óxidos de cálcio no pó do produto, os quais reagem com a água destilada durante a manipulação, formando hidróxido de cálcio. Posteriormente, quando em contato com a umidade tecidual, esse subproduto se dissociará em íons Ca^{+2} e OH^{-} , 2 agentes importantes para os processos de alcalinidade, remineralização e reparo tecidual. (CAMILLERI e FORD, 2006; DUARTE, et. al. 2018; ESTRELA, et. al. 2023; GANDOLFI, et.al. 2009; HAN e OKIJI, 2013; MOTWANI, et. al., 2021; PARIROKH e TORABINEJAD, 2010(b); PRATI, e GANDOLFI, 2015; VALLITTU, et al. 2018; WU e XIAO, 2009; YAMAMOTO, et. al 2017; ZHOU, WU e XIAO, 2012)

No entanto, o material carecia de algumas alterações nas suas características físicas desfavoráveis como: o escurecimento do tecido dentário e gengival; consistência arenosa que dificultava o manuseio e um longo tempo de presa, sem alterar, no entanto, as suas excelentes propriedades biológicas reparadoras. (BER, HATTON e STEWART, 2007; CAMILLERI, 2014; DAWOOD, et. al. 2017; PRATI e GANDOLFI, 2015; TAWIL, DUGGAN e GALICIA, 2015)

Nesse sentido, a Ângelus Indústria de Produtos Odontológicos S/A (Londrina, PR, Brasil) introduziu no mercado em 2016 o MTA Repair HP (High-Plasticity), como um cimento biocerâmico de alta plasticidade, composto por óxidos minerais em partículas finas e hidrofílicas dotado das mesmas propriedades biológicas da formulação original, porém com características de trabalho evoluídas, tais como tempo de presa mais acelerado (em torno de 15 minutos), melhor manuseio e inserção em virtude da adição de um plastificante no líquido usado para espatular o material e também maior estabilidade de coloração, não provocando manchamento das estruturas adjacentes. (DAWOOD, et. al. 2017; GUIMARÃES, et. al. 2018; JIMÉNEZ-SANCHÉZ, et al. 2020; LIMA, et. al. 2020; PALCZWESKA-KOMSA, et. al. 2015; QUEIROZ, et al. 2023; TOMAS-CATALÁ, et. al. 2017;)

Seguindo a crescente de evolução do MTA, em 2019 o Bio-C Repair, um cimento biocerâmico a base de silicato de cálcio e envazado em uma seringa de 0,5ml e já pré-mixado na consistência “putty foi lançado pela Ângelus. Esse material dispõe das mesmas propriedades biológicas dos seus predecessores, apresentando, porém, os seus aspectos de manipulação ainda mais evoluídos em relação as formulações que o precederam (BENETTI, et. al. 2019; DE TOUBES, et. al. 2021; MOTWANI, et. al., 2021). Quanto à sua composição, o referido cimento consiste majoritariamente de silicato de cálcio, fosfato de cálcio, óxido de zircônia, óxido de ferro, óxido de cálcio e polietilenoglicol. (BENETTI, et. al. 2019; CAMPI, L, et. al. 2023; GHILOTTI, et. al. 2020; LOPEZ-GARCIA, et. al. 2019).

Tendo em vista a atualização das formulações que sucederam a original do ProRoot MTA, bem como todas as alterações no que diz respeito às características físico-químicas das novas gerações de biocerâmicos, é essencial

rastrear e identificar os componentes químicos do material supracitado, a fim de avaliar a sua formulação a nível atômico e correlacioná-la com as propriedades biológicas e físico-químicas apresentadas.

2. PROPOSIÇÃO

O presente trabalho teve por objetivo analisar a composição química dos cimentos MTA Ângelus® Cinza e Branco, MTA Repair HP® e Bio-C Repair® através da microscopia eletrônica de varredura acoplada à espectrometria de energia dispersiva (MEV/EDS),

3. ARTIGO CIENTÍFICO

**ANÁLISE DA COMPOSIÇÃO QUÍMICA DOS CIMENTOS MTA ANGELUS®
BRANCO, CINZA, MTA HP REPAIR® E BIO-C REPAIR® ATRAVÉS DE
MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV) ACOPLADA A
ESPECTRÔMETRO DE ENERGIA DISPERSIVA (EDS).**

*Analysis of the chemical composition of the gray and white MTA Angelus®, MTA
HP Repair® and Bio-C Repair® through scanning electron microscopy (SEM)
coupled energy dispersive spectrometer (EDS).*

André Luis Martins LEAL^a

Anamaria Pessôa Pereira LEITE^b

a – Acadêmico da Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Juiz de Fora, MG, Brasil. E-mail: 11005034630@estudante.ufjf.br

b - Doutora em Endodontia - FOP/UPE, Professora Adjunta das Disciplinas de Endodontia I e III, da Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Juiz de Fora, MG, Brasil. E-mail: leiteanamarca@hotmail.com

RESUMO

Introdução: O objetivo do trabalho foi analisar a composição química dos cimentos MTA Angelus branco, cinza, Repair HP e Bio-C Repair. Para tanto, foram confeccionados 5 corpos de prova de cada tipo de cimento estudado, com diâmetro de 4mm e altura de 1 mm, em Stubs utilizando fita condutora de carbono dupla face. Esse conjunto foi levado a campânula do metalizador, no qual uma fina camada de elemento condutor foi depositada na superfície para que os elétrons pudessem ser conduzidos. Em seguida, as amostras foram analisadas com auxílio de um microscópio eletrônico de varredura acoplado ao aparelho de espectrometria de energia dispersiva. Os dados coletados foram submetidos ao teste estatístico Kolmogorov-Smirnov para definir a normalidade dos dados. Os elementos químicos que apresentaram distribuição normal (média de 5%) foram submetidos ao teste ANOVA e o teste Kruskal-Wallis foi aplicado naqueles que apresentaram distribuição assimétrica. Após a análise dos elementos químicos, foram observados para o MTA branco: O, Na, K, Mg, Al, Si, Ca e Bi; para o MTA cinza: O, Mg, Al, Si, Ca, Bi, Fe e S; para o Repair HP: O, Al, Mg, Si, Ca, Fe, Sr, C, Rb e W; e para o Bio-C Repair: C, O, Ca, Si, Na, Al, Zr. Desta forma, 14 elementos químicos foram identificados nas amostras analisadas: O, Na, Al, Mg, Si, S, K, Ca, Fe, Sr, Bi, C, Rb, W e Zr. Destes elementos, 5 foram encontrados em todos os cimentos estudados: O, Al, C, Si e Ca. O elemento Fe foi verificado nos cimentos MTA cinza e Repair. O Bismuto foi identificado nos cimentos branco e cinza. Os elementos Rb, W e C foram encontrados somente na nova formulação de MTA da Angelus, o Repair HP. O elemento Zr foi observado apenas nos espécimes do Bio-C Repair. Nas amostras analisadas, o Ca e o O foram os que se apresentaram em maior quantidade.

PALAVRAS-CHAVE: MTA Angelus, composição química, EDS

ABSTRACT

Introduction: *The objective of this essay was to analyze the chemical composition of the cements MTA Angelus white, gray and Repair HP. In order to accomplish that, there were built 5 proof bodies out of every type of cement that was studied, with a diameter of 4mm and height of 1mm, in Stubs utilizing carbon double-sided conductive tape. This set was taken to the metallizer campanula, on which a thin sheet of carbon was deposited on the surface in order to conduct the electrons. Next, the samples were analyzed with help from a scanning electron microscope attached to the dispersive energy spectrometer device. The data collected was subjected to the statistic test Kolmogorov-Smirnov to define the normality of the data. The chemical elements that presented normal distribution (average of 5%) were subjected to the ANOVA test and the Kruskal-Wallis test was applied on those that showed asymmetrical distribution. After the analysis of the chemical elements, it was observed for the white MTA: O, Na, K, Mg, Al, Si, Ca and Bi; for the gray MTA: O, Mg, Al, Si, Ca, Bi, Fe and S; and for the Repair: O, Al, Mg, Si, Ca, Fe, Sr, C, Rb and W. Thus, 14 chemical elements were identified in the analyzed samples: O, Na, Al, Mg, Si, S, K, Ca, Fe, Sr, Bi, C, Rb and W. Out of these elements, 5 were found in all the studied cements: O, Al, Mg, Si and Ca. The element Fe was verified in the cements MTA gray and Repair. Bismuth was identified in the cements white and gray. The elements Rb, W and C were found only in the new formulation of MTA from Angelus, the Repair HP. In the samples analyzed, Ca and O were the ones that appeared in the biggest amount.*

KEY WORDS: *MTA angelus, chemical composition, EDS*

INTRODUÇÃO

O Agregado Trióxido Mineral (MTA), foi desenvolvido na década de 90 na Universidade de Loma Linda (Califórnia, EUA) pelo professor iraniano Mahmoud Torabinejad, visando selar comunicações do meio externo e interno do dente, ainda que experimentalmente. No final da década, em 1999, a Dentsply (Dentsply Tulsa Dental, Johnson City, Tennessee, EUA) lançou no mercado a primeira formulação idealizada por Torabinejad, o ProRoot MTA. Posteriormente, em 2001, a Ângelus Soluções Odontológicas (Paraná, Brasil) lançou o MTA Ângelus na cor cinza, formulação na qual foi suprimido o sulfato de cálcio (gesso), conferindo um tempo de presa menor quando comparado ao ProRoot MTA. Em 2004 foi lançada o MTA Ângelus Branco, com partículas mais finas que o anterior e os compostos ferrosos removidos.^{1,2,3,4}

Em função das propriedades biológicas e físico-químicas o MTA foi por muito tempo o material de primeira escolha para várias demandas clínicas, como: tampão cervical para clareamento; material retrobturador em cirurgias parendodônticas; perfurações de assoalho e intrarradiculares; tampão apical no tratamento de dentes com apicogênese incompleta; indutor de apicificação; em situações de capeamento pulpar direto ou indireto e em situações de endodontia regenerativa^{3,4,5,6}. A capacidade reparadora do material se dá em função da presença dos óxidos de cálcio no pó do produto, os quais reagem com a água destilada durante a manipulação, formando hidróxido de cálcio. Posteriormente, quando em contato com a umidade tecidual, esse subproduto se dissociará em íons Ca^{+2} e OH^- , 2 agentes importantes para os processos de alcalinidade, remineralização e reparo tecidual.^{4,5,6,7,8,9,10,11,12,13,14}

No entanto, o material carecia de algumas alterações nas suas características físicas desfavoráveis como: o escurecimento do tecido dentário e gengival; consistência arenosa que dificultava o manuseio e um longo tempo de presa, sem alterar, no entanto, as suas excelentes propriedades biológicas reparadoras.^{15,16,17,18,19}

Nesse sentido, a Ângelus Indústria de Produtos Odontológicos S/A (Londrina, PR, Brasil) introduziu no mercado em 2016 o MTA Repair HP (High-Plasticity), como um cimento biocerâmico de alta plasticidade, composto por óxidos minerais em partículas finas e hidrofílicas dotado das mesmas propriedades biológicas da formulação original,

porém com características de trabalho evoluídas, tais como tempo de presa mais acelerado (em torno de 15 minutos) ,melhor manuseio e inserção em virtude da adição de um plastificante no líquido usado para espatular o material e também maior estabilidade de coloração, não provocando manchamento das estruturas adjacentes.^{14,20,21,22,23,24,25}

Seguindo a crescente de evolução do MTA, em 2019 o Bio-C Repair, um cimento biocerâmico a base de silicato de cálcio, envazado em uma seringa de 0,5ml e já pré-mixado na consistência “*putty*” foi lançado pela Ângelus. Esse material dispõe das mesmas propriedades biológicas dos seus predecessores, apresentando, porém, os seus aspectos de manipulação ainda mais evoluídos em relação às formulações que o precederam^{16,26,27}. Quanto à sua composição, o referido cimento consiste majoritariamente de silicato de cálcio, fosfato de cálcio, óxido de zircônia, óxido de ferro, óxido de cálcio e polietilenoglicol^{26,28,29,30}.

Tendo em vista a atualização das formulações que sucederam a original do ProRoot MTA, bem como todas as alterações no que diz respeito às características físico-químicas das novas gerações de biocerâmicos, é essencial rastrear e identificar os componentes químicos do material supracitado, a fim de avaliar a sua formulação a nível atômico e correlacioná-la com as propriedades biológicas e físico-químicas apresentadas.

PROPOSIÇÃO

O presente trabalho teve por objetivo analisar a composição química dos cimentos MTA Ângelus® branco e cinza, MTA HP Repair ® e Bio-C Repair® através da microscopia eletrônica de varredura acoplada à espectrometria de energia dispersiva (MEV/EDS)

MATERIAIS E MÉTODOS

Para avaliação da composição química dos cimentos MTA Ângelus branco (figura 1), cinza (figura 2) e MTA HP Repair (figura 3) e Bio-C Repair ® (figura 4) (Ângelus

Indústria de Produtos Odontológicos S/A, Londrina, PR, Brasil) foi utilizada a Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) acoplada ao Espectrômetro de Energia Dispersiva (EDS-Energy Dispersive Spectroscopy) no Instituto de Geociências da Unicamp, para os dois primeiros, no Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais (INPE) para o MTA HP Repair e no Laboratório de Microscopia do Instituto Militar de Engenharia (IME-RJ) para o Bio-C Repair ®.



Figura 1 - MTA Angelus branco



Figura 2 - MTA Angelus cinza



Figura 3 - MTA HP Repair



Figura 4: Bio-C Repair ®

Para que as amostras sejam adequadamente analisadas, elas precisam ser condutoras de energia, e, para tanto, cinco corpos de prova de cada elemento foram submetidos ao processo de metalização, processo esse que torna condutora a superfície dos espécimes a serem analisados. Para tanto, os 5 corpos de prova de cada material, medindo 4mm de diâmetro e 1mm de altura, foram fixados em um Stubs utilizando-se de uma fita de carbono condutora dupla face.

O conjunto foi levado a campânula do metalizador Leica® EM ACE600 por 10 minutos, tempo no qual foi passada uma corrente de 150mA em um alvo puro de carbono para o processo do MTA Ângelus Cinza, Branco e MTA Repair HP e um alvo puro de ouro no caso do Bio-C Repair®, culminando na deposição de uma fina camada do elemento condutor que compõe o alvo, tornando possível que os elétrons fossem conduzidos quando da análise dos espécimes no Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV).

Em seguida, as amostras foram levadas ao Microscópio Eletrônico de Varredura modelo Quanta® FEG 250 (FEI Company, Hillsboro, Oregon, Estados Unidos) que possuía um EDS Bruker® e-Flash (Bruker Corporation, Billerica, Massachusetts, Estados Unidos) acoplado a ele para análises semi-quantitativas. A energia do feixe foi de 20 kV, e o valor da corrente que atingiu as amostras foi mantido em 6.000 pA, conforme a necessidade de ajuste do brilho ou do contraste da imagem.

A tabela a seguir ilustra a quantidade de imagens obtidas através do MEV, quais imagens foram utilizadas para o teste EDS, o número de pontos analisados para cada material e o total de pontos analisados no estudo.

Tabela 1 – Quantidade de amostras utilizadas no teste EDS, N° de pontos analisado em cada amostra, total de pontos analisados para cada material e total de pontos utilizados no estudo.

	Quantidade de amostras analisadas para cada material	N° de pontos analisados para cada amostra	Total de pontos analisados para cada material	Total de pontos utilizados no estudo
MTA B	5	6	30	29
MTA C	5	6	30	30
MTA HP	5	6	30	29
Repair				
Bio-C Repair®	5	6	30	30

Os pontos analisados foram escolhidos aleatoriamente na área de cada amostra, visando-se rastrear diferentes regiões, para que se conseguisse uma boa visualização dos elementos químicos presentes em cada amostra.

As concentrações dos elementos químicos obtidos neste estudo foram submetidas à análise estatística. Os dados foram distribuídos em tabelas, e aplicado o teste

Kolmogorov-Smirnov para avaliar normalidade dos dados, ou seja, se possuem distribuição normal (médias >5%) ou assimétrica (médias <5%). Para os elementos químicos que apresentaram distribuição normal foi aplicado o teste ANOVA. Já os elementos químicos que apresentaram distribuição assimétrica foram submetidos ao teste Kruskal-Wallis.

Para comparação das diferenças das médias ou medianas das concentrações dos elementos químicos comuns a cada material, foi utilizado o teste de Tukey.

Desta maneira, comparou-se a média/medianas das concentrações dos elementos químicos dos diferentes cimentos pesquisados 2 a 2, tomando como referência o material que apresentou média/mediana mais alta para determinado elemento químico.

RESULTADOS

O Oxigênio (O) foi identificado em todos os cimentos analisados com médias de concentrações elevadas, acima de 32%. Não houve diferenças estatísticas significativas entre os materiais analisados.

O Sódio (Na) foi encontrado nos cimentos MTA B e Bio-C Repair® em baixo percentual, não apresentando diferença estatística entre os materiais testados.

O Magnésio (Mg) foi observado nos cimentos MTA Ângelus® Cinza, Branco e no MTA Repair HP®, porém, em baixo percentual. Ao se comparar os materiais com maior média, pode-se concluir que não foram notadas diferenças estatísticas entre eles.

Se tratando do Alumínio (Al), o referido elemento foi observado em todas as formulações estudadas.

O silício (Si) foi outro elemento químico presente em todos os cimentos analisados.

O Bismuto (Bi) foi encontrado apenas nos cimentos MTA B e MTA C.

Apenas o MTA C apresentou o Enxofre (S) e o Potássio (K) em sua composição.

O elemento Cálcio (Ca) foi encontrado em todos os cimentos estudados neste estudo, com a média de concentração acima de 27,8%.

O Ferro (Fe) foi observado tanto no MTA C quanto no MTA HP Repair® em médias de percentuais baixas, não apresentando diferenças estatísticas entre os materiais estudados.

Apenas o MTA HP Repair® apresentou o Estrôncio (Sr), o Rubídio (Rb) e o Tungstênio (W) em sua composição química.

O elemento Carbono (C) foi encontrado apenas no MTA HP Repair® e no Bio-C Repair®

O elemento Zircônio (Zr) foi encontrado apenas no Bio-C Repair, com média de concentração de 2,49%.

O quadro a seguir mostra os elementos químicos presentes em cada material, a partir dos resultados obtidos:

Quadro 1- Elementos químicos presentes em cada material de estudo

		Elementos Estudados															
		#	O	Na	Mg	Si	S	K	Ca	Fe	Sr	Bi	C	Rb	W	Zr	Al
Materiais de Estudo	MTA Cinza	X	X	X	X			X	X			X					X
	MTA Branco	X		X	X	X	X	X	X	X		X					X
	MTA Repair HP	X		X	X				X	X	X		X	X	X		X
	Bio-C Repair	X	X		X				X				X			X	X

As imagens coletadas pelo MEV mostram para os espécimes de MTA Angelus® branco e cinza com coloração heterogênea e com partículas brancas cercadas por uma imagem acinzentada. Já os espécimes de MTA HP Repair® mostraram-se com coloração homogênea acinzentada, conforme as figuras 5 6, 7, 8, 9 e 10. Quanto aos espécimes do Bio-C Repair®, as imagens de MEV obtidas no aumento de 10.000x revelam 2 microestruturas diferentes: uma de coloração heterogênea, com partículas brancas envolta por partículas cinzas, e outra com coloração acinzentada homogênea, contendo algumas estruturas de forma agulhada, conforme as figuras 11 e 12.

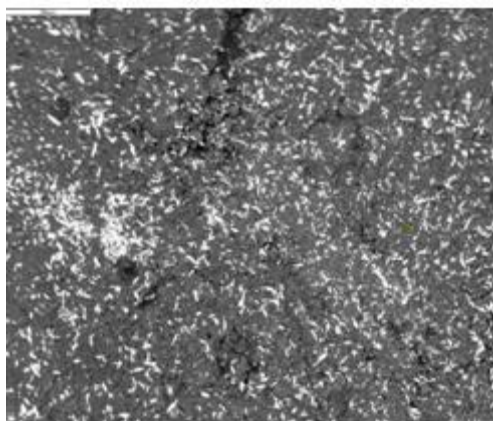


Figura 5: MTA B em MEV

Fonte: Instituto de Geociência-
Unicamp

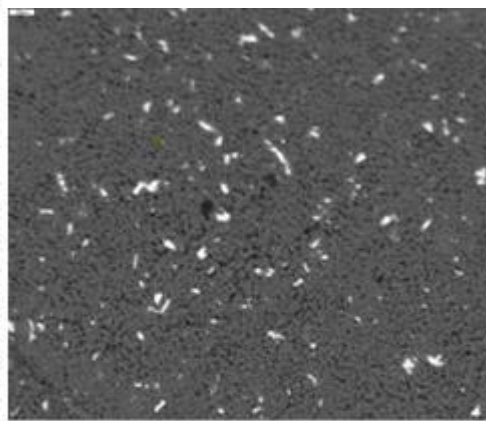


Figura 6: MTA C em MEV

Fonte: Instituto de Geociência-
Unicamp

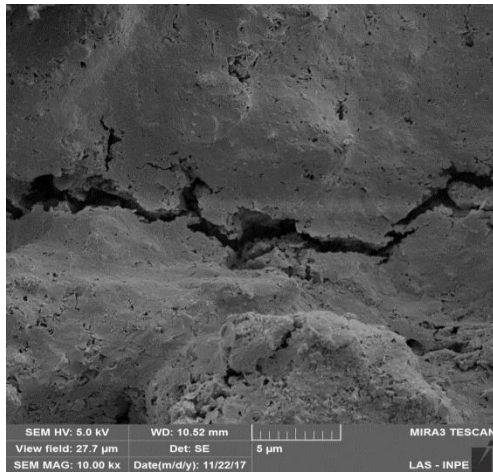


Figura 7:MTA HP Repair®-MEV-10kX

Fonte: Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais- INPE

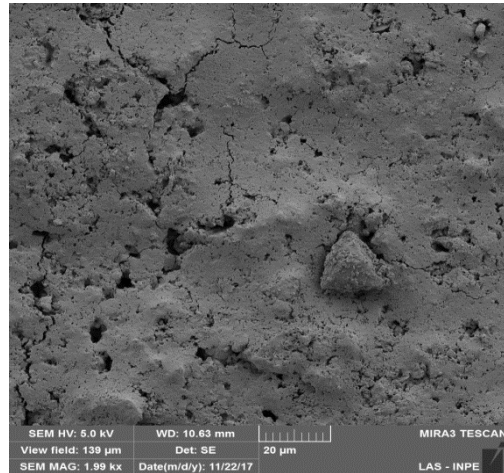


Figura 8:MTA HP Repair®-MEV- 2KX

Fonte: Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais- INPE

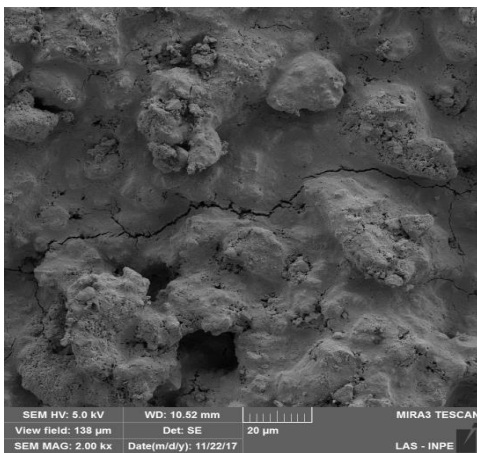


Figura 9:MTA HP Repair®-MEV 2kX

Fonte: Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais- INPE

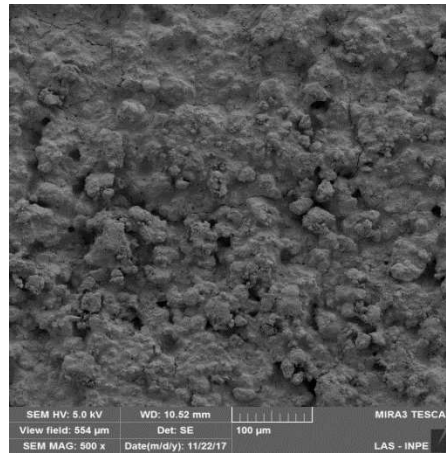


Figura 10:MTA HP Repair®-MEV 2kX

Fonte: Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais- INPE

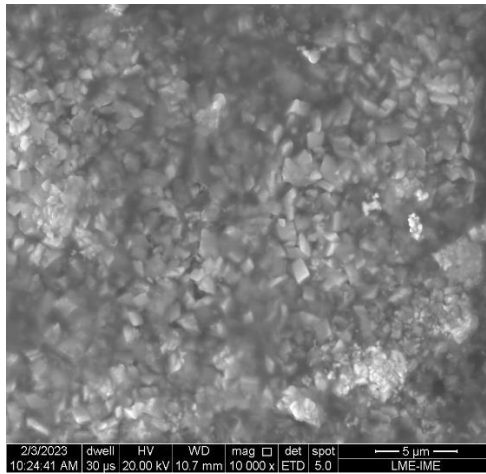


Figura 10: Bio-C Repair®-MEV10kX

Fonte: Instituto Militar de Engenharia
IME-(RJ)-

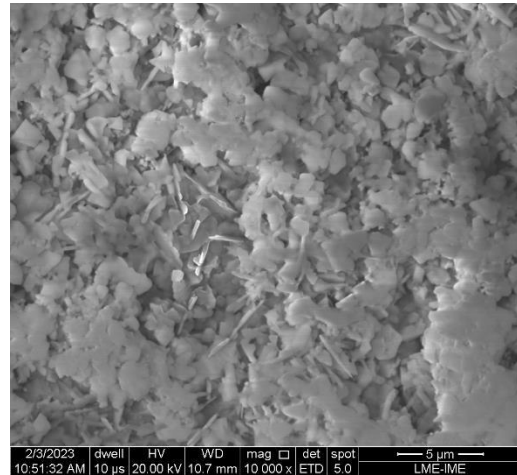


Figura 11: Bio-C Repair®-MEV 10kX

Fonte: Instituto Militar de Engenharia
IME-(RJ)

DISCUSSÃO

Em 1993, na Universidade de Loma Linda na Califórnia, o professor Mahmoud Torabinejad idealizou e lançou um material experimental para ser empregado no selamento de perfurações comunicantes radiculares e de furca. Em 1999, após ser aprovado no FDA (Food and Drug Administration) o material foi lançado pela Dentsply® (Dentsply Tulsa Dental, Johnson City, Tennessee, EUA), com o nome comercial ProRoot® MTA. Pelo que é descrito na literatura, sua composição se trata de: 80% de Cimento Portland (CP) e 20% de óxido de bismuto^{1,2,3,4}

Posteriormente, em 2001, a Ângelus Soluções Odontológicas S/A (Paraná, Brasil) lançou o MTA Ângelus® Cinza, um material comercializado em forma de pó/líquido, com uma composição ligeiramente diferente da que apresentava seu concorrente da Dentsply, isso porque o sulfato de cálcio (gesso) foi suprimido, à fim de reduzir o tempo de presa, uma vez que o ProRoot® MTA tinha um tempo total de endurecimento de duas a três horas, enquanto o material da Ângelus tomava presa final em menos de 24 minutos após sua espatulação^{19,20,30}.. Após ser constatado o manchamento coronal e gengival que ocorria na região quando do uso do material, a Ângelus® lançou em 2004 o MTA Branco, no qual houve a supressão de moléculas contendo ferro (Fe), fato esse observado no Quadro 1, já que acreditava-se que esse elemento era o que conferia o efeito deletério de descoloração das estruturas adjacentes^{3,4}.

Somente em 2014, Josette Camilleri verificou que a coloração causada pelo MTA Cinza e Branco era em decorrência do radiopacificador contido no pó, o óxido de bismuto (Bi₂O₃), que reage com resquícios da substância irrigadora, ou até mesmo com a luz e oxigênio, resultando em um precipitado escurecido, que culmina no

manchamento da estrutura dental e gengival adjacente a aplicação do material¹⁸. Essa observação concorda com o presente trabalho, já que no Quadro 1 é possível observar a presença do Bi nas duas formulações do MTA Ângelus®.

Visando um produto que atendesse a demanda do uso em áreas estéticas, a Ângelus lançou em 2017 o MTA Repair HP®, um biocerâmico de composição semelhante aos predecessores, que apresenta excelente estabilidade de coloração, em função da troca do agente radiopacificador para o tungstato de cálcio^{21,22}. O fato acima exposto concorda com o presente trabalho, já que no Quadro 1 é possível observar a presença do tungstênio (W) no MTA Repair HP®. O referido cimento também apresenta características físico-químicas evoluídas, como manipulação facilitada e um tempo de presa acelerado, em função da adição de um agente plastificante no líquido¹⁴.

Apesar de toda evolução das formulações a partir da original, o fato do material ser disponibilizado na forma pó/líquido ainda era uma deficiência apresentada, já que isso tornava o material sensível ao erro do operador pela necessidade de espatulação do material¹⁶.

Dessa forma, o Bio-C Repair® foi lançado em 2019, sob a forma de um biocerâmico pré-mixado, na consistência “putty”, conferindo a ele excelentes condições de manuseio mantendo as propriedades biológicas excelentes, tais quais as apresentadas pelas formulações anteriores. Conforme é sinalizado no trabalho de De Toubes et al²⁷. (2021), biocerâmicos pré-mixados na consistência “putty” conferem condições de manipulação e inserção superiores a esses materiais, o que reflete diretamente na celeridade e assertividade no seu uso. Somado a isso, é descrito no trabalho de Parirokh e Torabinejad² (2010) que as propriedades físico-químicas de cimentos a base de silicato de cálcio podem ser alteradas em decorrência da quantidade de água incorporada à mistura, tempo de espatulação e quantidade de ar aprisionado em função da espatulação.

Em função disso, Motwani et al¹⁶. (2021) apontam que as vantagens dos cimentos biocerâmicos pré-mixados incluem: exclusão de erros na espatulação por parte do operador; consistência homogênea padronizada; a quantidade de material dispensada é somente a que será usada, reduzindo assim o desperdício; a deposição do material em áreas de difícil acesso é simplificada e são facilmente condensáveis/moldáveis, o que favorece o seu emprego na prática clínica.

Os biocerâmicos, incluindo os citados acima, são materiais hidráulicos, isto é, não só se comportam bem na presença de umidade, como precisam dela para que sua reação de presa seja ativada⁷. Somado a isso, a sua ligeira expansão quando exposto a um ambiente úmido qualifica-nos como os materiais padrão-ouro no selamento de perfurações comunicantes, reabsorções externas/externas, retrobturações, capeamento pulpar direto e indireto, apicificação e procedimentos regenerativos pulpares, já que são ambientes iminentemente úmidos^{1,2,3,4,6,20,30}.

Além disso, os cimentos de silicato de cálcio são materiais extremamente biocompatíveis, em função da presença dos óxidos de cálcio em sua composição, os quais se hidratam, com formação do hidróxido de cálcio, o qual será dissociado em íons hidroxila (OH-) e íons cálcio (Ca+). Então, os íons cálcio reagem com o dióxido de carbono do tecido conjuntivo gerando granulações de carbonato de cálcio, molécula precursora na remineralização de tecido⁶. A liberação do grupamento hidroxila também determina um papel preponderante na boa resposta biológica do material, já que a manutenção de um pH básico, em torno de 12,6, torna o meio insusceptível ao desenvolvimento de bactérias^{4,6,12}. O fato acima descrito se confirma nesse trabalho, já que em todos os materiais analisados foi possível observar a presença dos elementos cálcio (Ca), e oxigênio (O), conforme ilustrado pelo Quadro 2.

Além do acima descrito, os biocerâmicos são bioativos, isto é, interagem com o tecido circundante de maneira biologicamente ativa, formando uma ligação química entre o tecido e o material, culminando na formação de precipitados semelhantes a apatita quando em contato com fluidos corporais contendo fosfato^{4,6,11,12,13,28}. Essa propriedade tem íntima relação com o mecanismo de ação, já que é a manutenção de um meio alcalino a responsável pelo dano moderado aos tecidos saudáveis, o que desencadeia a liberação de fosfatase alcalina, uma enzima responsável pela liberação de fosfato inorgânico no meio, o qual desempenha um papel essencial na nucleação da apatita, nome dado ao processo de formação da camada superficial de hidroxiapatita⁶.

No presente estudo foi possível observar a presença dos seguintes elementos nos espécimes do MTA Ângelus® Cinza: Mg, O, Si, Ca, Bi, K, S, Fe e Al. Quanto aos espécimes do MTA Ângelus® Branco, foram observados os átomos: O, Ca, Si, Al, Bi, S, K, Mg. Tais achados concordam com os verificados por Camilleri¹ em 2005, uma vez que a autora encontrou os mesmos elementos nas suas análises do MTA Ângelus® Cinza, com exceção do potássio (K) e magnésio (Mg). Além do mais, nas análises de Song et al.² (2006), foram encontrados C, Ca, O, Fe, Si, Bi e S. Por sua vez, Tomás-Catalá et al.²¹ em 2017 e Guimarães et al.¹⁴ em 2018 não observaram a presença do K e também observaram o C em suas análises do MTA Ângelus® Branco, diferente do presente trabalho.

O MTA Repair HP®, por sua vez, é descrito na literatura como um cimento composto por carbono, nitrogênio, oxigênio, alumínio, sílica, enxofre, cálcio e tungstênio¹⁴. Em outro estudo foram identificados picos apenas de alumínio, cálcio, tungstênio e sílica²². Também foi descrita na literatura a presença de Estrôncio (Sr) no cimento em questão²¹. Os achados do presente trabalho, acompanham os verificados nos trabalhos supracitados.

No que diz respeito ao Bio-C Repair®, nas análises de EDS do presente trabalho, foi possível observar os cromóforos: C, O, Si, Ca, Zr, Al e traços irrelevantes de Na. Ghilotti et al²⁹. (2020) sustentam os resultados do presente estudo, já que observaram os mesmos elementos em suas análises de EDS. Por outro lado, o trabalho de Lopéz-García et al²⁸. (2019) apresenta uma discordância, já que em suas análises de EDS não foi observado o carbono, elemento presente em médias elevadas nas análises desse trabalho.

Conforme ilustrado no Quadro 2, todos os materiais analisados continham silício (Si), carbono (C), oxigênio (O) e cálcio (Ca), observando-se uma elevada concentração dos elementos Ca e O especialmente. Observa-se na literatura a confirmação dos fatos descritos acima por meio dos trabalhos de EDS de Camilleri et al¹. (2005), Song et al². (2006), Tomas-Catalá et al²¹. (2017), Guimarães et al¹⁴. (2018), Lopéz-García et al²⁸. 2019, Ghilotti et al²⁹. (2020) e Jimenéz-Sánchez²² et al. (2020), o que sugere que o mecanismo de ação de todos os materiais seja o mesmo, concluindo-se que por meio da dissociação do hidróxido de cálcio em íons cálcio (Ca⁺²) e em íons hidroxila (OH⁻) as propriedades biológicas desses materiais são expressas^{4,6}.

Somado à, isso a boa ação biológica do material frente ao tecido hospedeiro também se deve à presença do silício, elemento observado em todas as formulações analisadas por esse estudo, em concordância com os trabalhos de Camilleri et al¹. (2005), Song et al². (2006), Tomas-Catalá et al²¹. (2017), Guimarães et al¹⁴. (2018), Lopéz-García et al²⁸. 2019, Ghilotti et al²⁹. (2020) e Jimenéz-Sánchez²² et al. (2020) (2005). Esse elemento é reconhecido como um fator coadjuvante na ação osteogênica do material, já que é encontrado frequentemente em sítios de calcificação ativa no corpo humano, sendo, portanto, incorporado nos biomateriais para melhorar suas propriedades biológicas⁸.

Conforme ilustrado no Quadro 1, a presença do elemento zircônio (Zr) nos espécimes do Bio-C Repair® analisados em MEV-EDS por esse trabalho está em concordância com o que é observado na literatura, já que o agente radiopacificador do material é o óxido de zircônio (ZrO₂), uma molécula inerte, que não causa escurecimento das estruturas adjacentes^{26,28,29}.

A presença do elemento Au na análise realizada do Bio-C Repair® se deu em função da metalização, processo no qual será depositada uma fina camada de elemento condutor sobre a amostra, o que culmina na leitura de parte dessa camada, e consequente registro no relatório final do EDS.

A adição de um agente plastificante ao Bio-C Repair® pode influenciar de maneira negativa a relação entre o material e o tecido hospedeiro, já que esses podem conter compostos resinosos deletérios às células adjacentes²³. No entanto, um estudo histológico demonstrou que não se observa lesões significativas no tecido conjuntivo associado ao uso do cimento em questão²⁵.

Quanto às propriedades físico-químicas do Bio-C Repair®, o mesmo apresenta menor solubilidade e maior expansão volumétrica quando comparado com o MTA Branco e Cinza, além de radiopacidade e tempo de presa satisfatórios³⁰. No que diz respeito às suas propriedades biológicas, sua citocompatibilidade e bioatividade são semelhantes a dos seus predecessores, MTA Ângelus® e MTA Repair HP®^{26,29}.

A evolução das formulações ao longo dos 20 anos desde o lançamento do ProRoot® MTA Cinza até o Bio-C Repair®, conferiu aos biocerâmicos mudanças nas suas composições, as quais conferem a esses materiais uma aplicabilidade diversificada. Dessa forma, é essencial que o clínico conheça as propriedades apresentadas por cada

biocerâmico, para que dessa forma possa escolher o que mais atende à situação clínica demandada.

Por fim, são necessários mais estudos longitudinais das novas formulações apresentadas, a fim de garantir uma aplicabilidade segura e efetiva dessas formulações. Além disso, mais estudos relacionados as análises da composição química devem ser realizados, para que se haja uma certificação dos resultados apresentados.

O Bio-C Repair® é um cimento reparador lançado pela Ângelus no fim do ano de 2019, ano que antecedeu à pandemia da COVID-19, momento que houve o impedimento da realização de estudos científicos em função da interrupção das atividades acadêmicas, sendo mais estudado apenas à partir de meados de 2021. Dessa forma, compreende-se que para que esse material venha a ser utilizado de maneira segura, ele precisará passar por todas as análises que o material padrão-ouro, ProRoot® MTA, foi submetido

CONCLUSÃO

De acordo com a metodologia empregada e os resultados obtidos pode-se concluir que:

- 14 elementos químicos foram identificados nas amostras analisadas:
O, Na, Al, Mg, Si, S, K, Ca, Fe, Sr, Bi, C, Rb, W, Zr
 - 4 elementos foram encontrados em todos os cimentos estudados: O, Al, Si e Ca;
 - O elemento ferro foi verificado apenas nos cimentos MTA cinza e HP Repair®.
 - O carbono foi encontrado apenas no MTA Repair HP® e no Bio-C Repair;
-

- O Bismuto foi encontrado apenas nos cimentos MTA branco e cinza;

- Apenas na formulação do MTA HP Repair®, foram encontrados os elementos Sr, Rb e W.

-A Zr foi observada apenas na formulação mais recente da Ângelus, no Bio-C Repair.

- O Ca e o O foram os elementos químicos que se apresentaram em maior quantidade nas amostras analisadas.

REFERÊNCIAS

1. Camilleri J, Montesin FE, Brady K, Sweeney R, Curtis RV, Ford TR. The constitution of mineral trioxide aggregate. *Dental Materials*. 2005 Apr 1;21(4):297-303.
2. 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*. 2006 Dec;102(6)
3. Parirokh M, Torabinejad M. Mineral trioxide aggregate: a comprehensive literature review—part I: chemical, physical, and antibacterial properties. *Journal of endodontics*. 2010(a) Jan 1;36(1):16-27..
4. Parirokh M, Torabinejad M. Mineral trioxide aggregate: a comprehensive literature review—part III: clinical applications, drawbacks, and mechanism of action. *Journal of endodontics*. 2010(b) Mar 1;36(3):400-13.
5. Prati C, Gandolfi MG. Calcium silicate bioactive cements: Biological perspectives and clinical applications. *Dental materials*. 2015 Apr 1;31(4):351-70.
6. Song W, Sun W, Chen L, Yuan Z. In vivo biocompatibility and bioactivity of calcium silicate-based bioceramics in endodontics. *Frontiers in Bioengineering and Biotechnology*. 2020 Oct 29;8:580954.
7. Estrela C, Cintra LT, Duarte MA, Rossi-Fedele G, Gavini G, Sousa-Neto MD. Mechanism of action of Bioactive Endodontic Materials. *Brazilian Dental Journal*. 2023 Mar 6;34:1-1.

8. Camilleri J, Pitt Ford TR. Mineral trioxide aggregate: a review of the constituents and biological properties of the material. *International endodontic journal*. 2006 Oct;39(10):747-54.
9. Zhou Y, Wu C, Xiao Y. The stimulation of proliferation and differentiation of periodontal ligament cells by the ionic products from Ca₇Si₂P₂O₁₆ bioceramics. *Acta biomaterialia*. 2012 Jul 1;8(6):2307-16.
10. Gandolfi MG, Ciapetti G, Perut F, Taddei P, Modena E, Rossi PL, Prati C. Biomimetic calcium-silicate cements aged in simulated body solutions. Osteoblast response and analyses of apatite coating. *Journal of Applied Biomaterials and Biomechanics*. 2009 Sep;7(3):160-70.
11. Wu C, Xiao Y. Evaluation of the in vitro bioactivity of bioceramics. *Bone and Tissue Regeneration Insights*. 2009;2(1):25-9. Han L, Okiji T. Bioactivity evaluation of three calcium silicate-based endodontic materials. *International endodontic journal*. 2013 Sep;46(9):808-14.
12. Yamamoto S, Han L, Noiri Y, Okiji T. Evaluation of the Ca ion release, pH and surface apatite formation of a prototype tricalcium silicate cement. *International endodontic journal*. 2017 Dec;50:e73-82.
13. Vallittu PK, Boccaccini AR, Hupa L, Watts DC. Bioactive dental materials-Do they exist and what does bioactivity mean?. *Dental materials: official publication of the Academy of Dental Materials*. 2018 May;34(5):693-4.
14. Guimarães BM, Prati C, Duarte MA, Bramante CM, Gandolfi MG. Physicochemical properties of calcium silicate-based formulations MTA Repair HP and MTA Vitacem. *Journal of Applied Oral Science*. 2018 Apr 5;26:e2017115.
15. Duarte MA, Marciano MA, Vivian RR, Tanomaru Filho M, Tanomaru JM, Camilleri J. Tricalcium silicate-based cements: properties and modifications. *Brazilian oral research*. 2018 Oct 18;32.
16. Motwani N, Ikhar A, Nikhade P, Chandak M, Rathi S, Dugar M, Rajnekar R. Premixed bioceramics: A novel pulp capping agent. *Journal of Conservative Dentistry: JCD*. 2021 Mar;24(2):124.
17. Ber BS, Hatton JF, Stewart GP. Chemical modification of ProRoot MTA to improve handling characteristics and decrease setting time. *Journal of endodontics*. 2007 Oct 1;33(10):1231-4.
18. Camilleri J. Color stability of white mineral trioxide aggregate in contact with hypochlorite solution. *Journal of endodontics*. 2014 Mar 1;40(3):436-40.
19. Tawil PZ, Duggan DJ, Galicia JC. Mineral trioxide aggregate (MTA): its history, composition, and clinical applications. *Compendium of continuing education in dentistry (Jamesburg, NJ: 1995)*. 2015 Apr 1;36(4):247-52.
20. Dawood AE, Parashos P, Wong RH, Reynolds EC, Manton DJ. Calcium silicate-based cements: composition, properties, and clinical applications. *Journal of investigative and clinical dentistry*. 2017 May;8(2):e12195.
21. Tomás-Catalá CJ, Collado-González M, García-Bernal D, Oñate-Sánchez RE, Forner L, Llena C, Lozano A, Castelo-Baz P, Moraleda JM, Rodríguez-Lozano FJ. Comparative analysis of the biological effects of the endodontic bioactive cements

- MTA-Angelus, MTA Repair HP and NeoMTA Plus on human dental pulp stem cells. *International endodontic journal*. 2017 Dec;50:e63-72.
22. Jiménez-Sánchez MC, Segura-Egea JJ, Díaz-Cuenca A. A microstructure insight of MTA Repair HP of rapid setting capacity and bioactive response. *Materials*. 2020 Apr 2;13(7):1641.
 23. Lima SP, Santos GL, Ferelle A, Ramos SD, Pessan JP, Dezan-Garbelini CC. Clinical and radiographic evaluation of a new stain-free tricalcium silicate cement in pulpotomies. *Brazilian Oral Research*. 2020 Aug 28;34.
 24. Palczewska-Komsa M, Kaczor-Wiankowska K, Nowicka A. New bioactive calcium silicate cement mineral trioxide aggregate repair high plasticity (MTA HP)—A systematic review. *Materials*. 2021 Aug 14;14(16):4573.
 25. Queiroz MB, Inada RN, Jampani JL, Guerreiro-Tanomaru JM, Sasso-Cerri E, Tanomaru-Filho M, Cerri PS. Biocompatibility and bioactive potential of an experimental tricalcium silicate-based cement in comparison with Bio-C repair and MTA Repair HP materials. *International Endodontic Journal*. 2023 Feb;56(2):259-77.
 26. Benetti F, Queiroz ÍO, Cosme-Silva L, Conti LC, Oliveira SH, Cintra LT. Cytotoxicity, biocompatibility and biomineralization of a new ready-for-use bioceramic repair material. *Brazilian dental journal*. 2019 Jul 22;30:325-32.
 27. Toubes KS, Tonelli SQ, Girelli CF, Azevedo CG, Thompson AC, Nunes E, Silveira FF. Bio-C repair-A new bioceramic material for root perforation management: Two case reports. *Brazilian dental journal*. 2021 Apr 2;32:104-10.
 28. López-García S, Lozano A, García-Bernal D, Forner L, Llena C, Guerrero-Gironés J, Moraleda JM, Murcia L, Rodríguez-Lozano FJ. Biological effects of new hydraulic materials on human periodontal ligament stem cells. *Journal of clinical medicine*. 2019 Aug 14;8(8):1216.
 29. Ghilotti J, Sanz JL, López-García S, Guerrero-Gironés J, Pecci-Lloret MP, Lozano A, Llena C, Rodríguez-Lozano FJ, Forner L, Spagnuolo G. Comparative surface morphology, chemical composition, and cytocompatibility of bio-C repair, biodentine, and ProRoot MTA on hDPCs. *Materials*. 2020 May 10;13(9):2189.
 30. Campi LB, Rodrigues EM, Torres FF, Reis JM, Guerreiro-Tanomaru JM, Tanomaru-Filho M. Physicochemical properties, cytotoxicity and bioactivity of a ready-to-use bioceramic repair material. *Brazilian Dental Journal*. 2023 Mar 6;34:29-38.

REFERÊNCIAS

BENETTI, F. et al. Cytotoxicity, biocompatibility and biomineralization of a new ready-for-use bioceramic repair material. **Brazilian dental journal**, v. 30, p. 325-332, 2019.

CAMILLERI, J. et al. The constitution of mineral trioxide aggregate. **Dental Materials**, v. 21, n. 4, p. 297-303, 2005.

CAMILLERI, J.; PITT FORD, T. R. Mineral trioxide aggregate: a review of the constituents and biological properties of the material. **International endodontic journal**, v. 39, n. 10, p. 747-754, 2006.

CAMILLERI, J. Color stability of white mineral trioxide aggregate in contact with hypochlorite solution. **Journal of endodontics**, v. 40, n. 3, p. 436-440, 2014.

CAMPI, L. B. et al. Physicochemical properties, cytotoxicity and bioactivity of a ready-to-use bioceramic repair material. **Brazilian Dental Journal**, v. 34, p. 29-38, 2023.

DAWOOD, A. E. et al. Calcium silicate-based cements: composition, properties, and clinical applications. **Journal of investigative and clinical dentistry**, v. 8, n. 2, p. e12195, 2017.

DE TOUBES, K. S. et al. Bio-C repair-A new bioceramic material for root perforation management: Two case reports. **Brazilian dental journal**, v. 32, p. 104-110, 2021.

DUARTE, M. A. H. et al. Tricalcium silicate-based cements: properties and modifications. **Brazilian oral research**, v. 32, 2018.

ESTRELA, C. et al. Mechanism of action of Bioactive Endodontic Materials. **Brazilian Dental Journal**, v. 34, p. 1-11, 2023.

GANDOLFI, M. G. et al. Biomimetic calcium-silicate cements aged in simulated body solutions. Osteoblast response and analyses of apatite coating. **Journal of Applied Biomaterials and Biomechanics**, v. 7, n. 3, p. 160-170, 2009.

GHILOTTI, J. et al. Comparative surface morphology, chemical composition, and cytocompatibility of bio-C repair, biodentine, and ProRoot MTA on hDPCs. **Materials**, v. 13, n. 9, p. 2189, 2020.

GUIMARÃES, B. M. et al. Physicochemical properties of calcium silicate-based formulations MTA Repair HP and MTA Vitalcem. **Journal of Applied Oral Science**, v. 26, p. e2017115, 2018.

HAN, L.; OKIJI, T. Bioactivity evaluation of three calcium silicate-based endodontic materials. **International endodontic journal**, v. 46, n. 9, p. 808-814, 2013.

JIMÉNEZ-SÁNCHEZ, M. C.; SEGURA-EGEA, J. J.; DÍAZ-CUENCA, A.. A microstructure insight of MTA Repair HP of rapid setting capacity and bioactive response. **Materials**, v. 13, n. 7, p. 1641, 2020.

LIMA, S. P. R. et al. Clinical and radiographic evaluation of a new stain-free tricalcium silicate cement in pulpotomies. **Brazilian Oral Research**, v. 34, 2020.

LÓPEZ-GARCÍA, S. et al. Biological effects of new hydraulic materials on human periodontal ligament stem cells. **Journal of clinical medicine**, v. 8, n. 8, p. 1216, 2019.

MOTWANI, N. et al. Premixed bioceramics: A novel pulp capping agent. **Journal of Conservative Dentistry: JCD**, v. 24, n. 2, p. 124, 2021.

PARIROKH, M; TORABINEJAD, M. Mineral trioxide aggregate: a comprehensive literature review—part I: chemical, physical, and antibacterial properties. **Journal of endodontics**, v. 36, n. 1, p. 16-27, 2010a.

PARIROKH, M; TORABINEJAD, M. Mineral trioxide aggregate: a comprehensive literature review—part III: clinical applications, drawbacks, and mechanism of action. **Journal of endodontics**, v. 36, n. 3, p. 400-413, 2010b.

PALCZEWSKA-KOMSA, M; KACZOR-WIANKOWSKA, K; NOWICKA, A. New bioactive calcium silicate cement mineral trioxide aggregate repair high plasticity (MTA HP)—A systematic review. **Materials**, v. 14, n. 16, p. 4573, 2021.

PRATI, C; GANDOLFI, M. G. Calcium silicate bioactive cements: Biological perspectives and clinical applications. **Dental materials**, v. 31, n. 4, p. 351-370, 2015.

SONG, W. et al. In vivo biocompatibility and bioactivity of calcium silicate-based bioceramics in endodontics. **Frontiers in Bioengineering and Biotechnology**, v. 8, p. 580954, 2020.

TAWIL, P Z.; DUGGAN, D J.; GALICIA, J. C. Mineral trioxide aggregate (MTA): its history, composition, and clinical applications. **Compendium of continuing education in dentistry (Jamesburg, NJ: 1995)**, v. 36, n. 4, p. 247-52; quiz 254, 264, 2015.

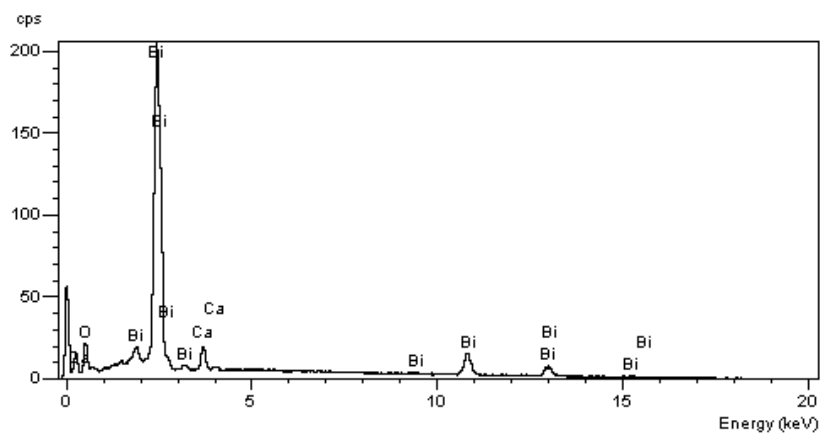
TOMÁS-CATALÁ, C. J. et al. Comparative analysis of the biological effects of the endodontic bioactive cements MTA-Angelus, MTA Repair HP and NeoMTA Plus on human dental pulp stem cells. **International endodontic journal**, v. 50, p. e63-e72, 2017. .

WU, C; XIAO, Y. Evaluation of the in vitro bioactivity of bioceramics. **Bone and Tissue Regeneration Insights**, v. 2, n. 1, p. 25-29, 2009.

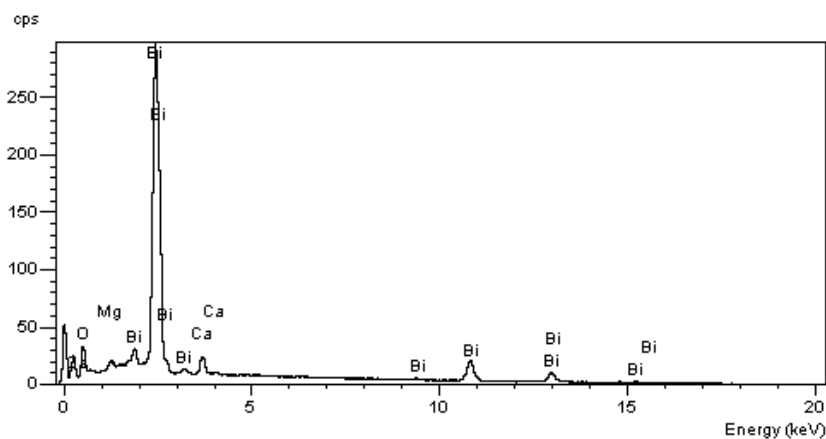
YAMAMOTO, S. et al. Evaluation of the Ca ion release, pH and surface apatite formation of a prototype tricalcium silicate cement. **International Endodontic Journal.**, v. 50, p. 73–82, 2017.

ZHOU, Y; WU, C; X, Yin. The stimulation of proliferation and differentiation of periodontal ligament cells by the ionic products from $\text{Ca}_7\text{Si}_2\text{P}_2\text{O}_{16}$ bioceramics. **Acta biomaterialia**, v. 8, n. 6, p. 2307-2316, 2012.

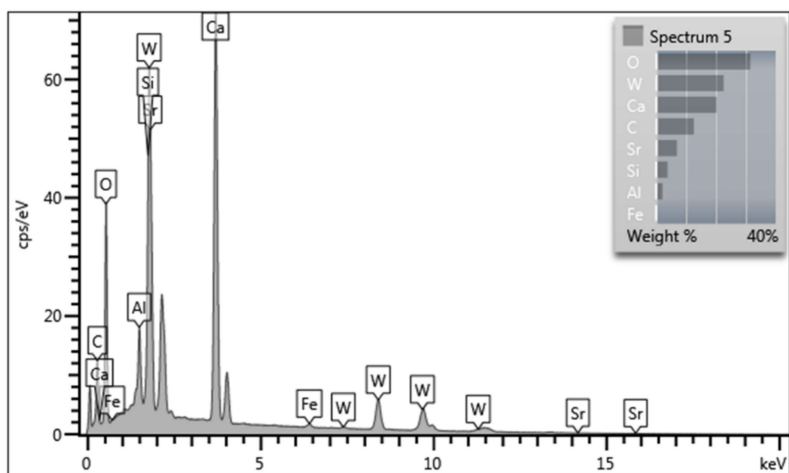
APÊNDICE–Espectros para um ponto de cada amostra



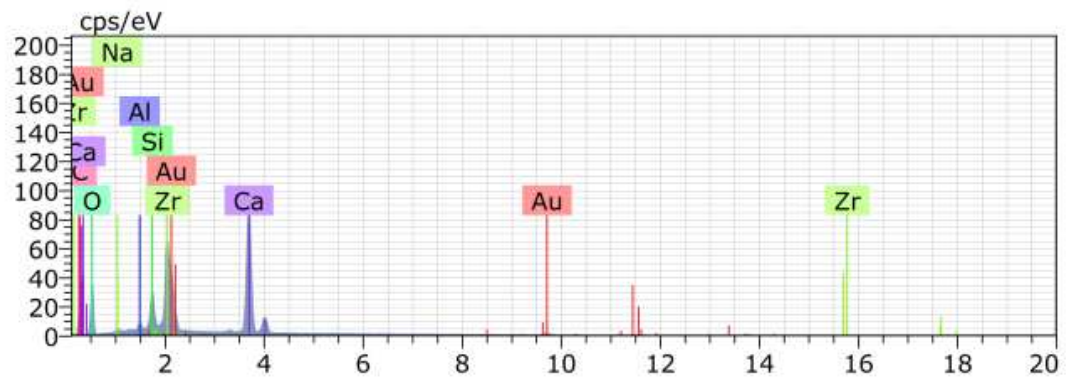
Espectro 1 – Ponto 1 da imagem 2 do MTA B (Unicamp)



Espectro 2 – Ponto 1 da imagem 2 do MTA C (Unicamp)



Espectro 5 – Ponto 2 da imagem 1 do MTA HP Repair (INPE)



Espectro 34 – Ponto 2 da imagem 5 do Bio-C Repair® (IME-RJ)

ANEXO 1 – INSTRUÇÕES DA REVISTA



Revista ABO Nacional

Instruções aos autores

A Revista ABO Nacional é uma publicação bimestral da Associação Brasileira de Odontologia, dirigida à classe odontológica e aberta à publicação de artigos inéditos nas categorias de pesquisa científica e relatos de caso(s) clínico(s). Artigos de revisão da literatura, bem como matérias/reportagens de opinião, só serão aceitos em caráter especial, mediante convite do Conselho Editorial Científico.

Os artigos devem ser enviados à sede administrativa da Revista da ABO Nacional (Rua Dois Irmãos, 165, Recife/PE, CEP 52071-440) impressos em uma cópia, rubricadas suas páginas pelo autor principal, e em CD (mídia digital) com os arquivos de texto e imagens gravados em Word for Windows e JPEG, respectivamente.

Apresentação dos artigos

Os artigos devem ser inéditos, não sendo permitida a sua apresentação simultânea em outro periódico. Reservam-se os direitos autorais do artigo publicado, inclusive de tradução, permitindo-se, entretanto, a sua reprodução como transcrição e com a devida citação da fonte (Declaração de Transferência de Direitos Autorais).

Todos os artigos são analisados pelo Conselho Editorial Científico, que avalia o mérito do trabalho. Aprovados nesta fase, os artigos são encaminhados ao Conselho Consultivo (revisão por pares), que, quando necessário, indica as retificações que devem ser feitas antes da edição.

Quando houver mais de cinco autores, justificar a efetiva contribuição de cada um deles.

Os artigos devem atender à política editorial da Revista e às instruções aos autores, baseadas no Uniform Requirements for Manuscripts Submitted to Biomedical Journals (**estilo Vancouver**), elaborado pelo International Committee of Medical Journal Editors (ICMJE).

O idioma do texto pode ser o português (neste caso, com título, *keywords* e *abstract* em inglês), ou o inglês. Sendo em inglês, título, palavras-chave e resumo devem apresentar-se traduzidos para o português pelo autor.

Exige-se declaração assinada pelo autor e coautor(es), responsabilizando-se pelo trabalho, constando nome, endereço, telefone e e-mail do autor que ficará responsável pela correspondência (Declaração de Responsabilidade), em duas vias (original e cópia). Recomenda-se que os autores retenham cópia em seu poder.

Os **artigos** devem ser digitados (fonte Times New Roman, corpo 12) e impressos em folha de papel tamanho A4, com espaço duplo e margens laterais de 3 cm , e ter até 15 laudas com 30 linhas cada (incluindo ilustrações).

As **ilustrações** (fotografias, tabelas, quadros, gráficos e desenhos), limitadas até o número máximo de 10 e citadas no texto do trabalho; devem ser apresentadas em folhas separadas e numeradas, em algarismos arábicos. Cada tipo de ilustração deve ter a numeração própria sequencial de cada grupo. As legendas das fotografias, desenhos e gráficos devem ser claras, concisas e localizadas abaixo das ilustrações, precedidas de numeração correspondente.

As **fotografias/imagens** devem ser enviadas impressas (dimensão 12 x 9 cm , em papel fotográfico brilhante e contraste correto) e digitalizadas (arquivos JPEG - 300 DPIs - gravados em CD).

As **tabelas** devem ser numeradas, consecutivamente, em algarismos arábicos. As legendas das tabelas e quadros devem ser colocadas na parte superior das mesmas. Não traçar linhas internas horizontais ou verticais. As notas explicativas devem vir no rodapé da tabela.

Para **unidades de medida**, usar somente as unidades legais do Sistema Internacional de Unidades (SI). Quanto às abreviaturas e símbolos, utilizar somente abreviaturas padrão. O termo completo deve preceder a abreviatura quando ela for empregada pela primeira vez, salvo no caso de unidades comuns de medida.

As **notas de rodapé** são indicadas por asteriscos e restritas ao indispensável.

Ética

Estudos que envolvam seres humanos ou animais, ou suas partes, bem como prontuários e resultados de exames clínicos, devem estar de acordo com a Resolução 196/96 do Conselho Nacional de Saúde e seus complementos. É necessário o envio do documento comprobatório desta legalidade aprovado pelo Comitê de Ética em Pesquisa da Unidade, o qual deve ser citado no texto do item Material e Métodos ou Relato de Caso, conforme a categoria do trabalho, fazendo constar um Termo de Consentimento Livre e Esclarecido (TCLE) do paciente.

Preparo do trabalho

1. Página de identificação : Deve conter o título do artigo e subtítulo em português e inglês (conciso, porém informativo); nome do(s) autor(es) e coautor(es), indicando em nota de rodapé a titulação máxima e uma única filiação por autor, sem abreviaturas. Incluir o endereço eletrônico de cada um. Abaixo do título deve ser indicada a categoria do trabalho, e, no caso de ser baseado em Trabalhos de Conclusão de Curso/ Monografias / Dissertação ou Tese, informar e colocar o nome da instituição e o ano da defesa.

Resumo/ Abstract : Deve apresentar-se em um texto de 250 palavras, contendo o objetivo, o método, os resultados e as conclusões do trabalho. Utilizar o verbo na terceira pessoa do singular e na voz ativa. Não deve incluir citações bibliográficas. Os resumos dos artigos originais devem conter informação estruturada constituída de: Introdução – Material e Métodos – Resultados – Conclusões. Para outras categorias, o formato do resumo deve ser o narrativo. **Abstract** em inglês para os trabalhos em português, ou em português, caso o texto principal seja apresentado em inglês.

Palavras-chave/ Keywords : identificam o conteúdo dos artigos. Consultar os Descritores em Ciências da Saúde (DeCS/Bireme), disponíveis em www.bireme.br/decs, e Medical Subject Headings do Index Medicus.

Estrutura do texto

A – Trabalho de Pesquisa Científica

INTRODUÇÃO – Deve ser concisa, explicar os pontos essenciais do assunto e o objetivo do estudo baseado em referências fundamentais.

MATERIAL E MÉTODOS – Descreve a seleção dos indivíduos que intervieram na pesquisa, incluindo os controles e os métodos relacionados às etapas da pesquisa.

Os métodos e os equipamentos (apresentar nome, cidade e país do fabricante entre parênteses), bem como os fármacos, incluindo os nomes genéricos e produtos químicos, devem ser identificados no texto.

RESULTADOS – Apresentar os resultados, sempre que possível, subdivididos em itens e apoiados em gráficos, tabelas, quadros e figuras.

DISCUSSÃO – Enfatizar os aspectos novos e importantes do estudo e não repetir em detalhes o que já foi citado em Introdução e Resultados.

CONCLUSÃO(ÕES) – Vincular as conclusões aos objetivos do estudo e respaldadas pelos dados. Quando for conveniente, incluir recomendações.

AGRADECIMENTOS – Quando necessários, devem ser mencionados os nomes dos participantes, instituições e/ou agências de fomento (com número do processo) que contribuíram para o trabalho.

REFERÊNCIAS

B – Trabalho de relato de caso(s) clínico(s):

INTRODUÇÃO
 RELATO DE CASO
 DISCUSSÃO
 CONCLUSÃO (ÕES)
 AGRADECIMENTOS
 REFERÊNCIAS

REFERÊNCIAS

No máximo em número de 30. Devem ser numeradas de acordo com a ordem em que foram mencionadas pela primeira vez no texto, de acordo com o estilo Vancouver, conforme orientações fornecidas pelo International Committee of Medical Journal Editors (ICMJE). Disponível em: www.nlm.nih.gov/bsd/uniform_requirements.html

Publicações com até seis autores, citam-se todos; além de seis, acrescentar em seguida à expressão *et al* .

Os títulos dos periódicos devem ser abreviados de acordo com o List of Journals Indexed in Index Medicus (<http://www.nlm.nih.gov/>)

Exemplos:**Artigo de periódico**

Brinhole MCP, Teixeira R, Tosta M, Giovanni EM, Costa C, Melo JAJM, *et al* . Intubação submental: evitando a traqueostomia em cirurgia bucomaxilofacial. Rev Inst Ciênc Saúde. 2005 abr-jun; 23(2):169-72.

Artigo de periódico em formato eletrônico

Aboud S. Quality improvement initiative in nursing homes: the ANA acts in an advisory role. Am J Nurs [serial on the Internet]. 2002 Jun [cited 2002 Aug 12];102(6):[about 3 p.]. Available from: www.nursingworld.org/AJN/2002/june/Wawatch.htm

Livro

Newman MG. Carranza periodontia clínica. 9ª ed. Rio de Janeiro : Guanabara Koogan; 2004.

Dissertação e Tese

Ferreira TLD. Ultra-sonografia – recurso imaginológico aplicado à Odontologia [dissertação de mestrado] São Paulo: Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo; 2005.

Citações no texto

No texto, identificar os autores em algarismos arábicos sobrescritos, correspondente às referências. Ex: A prótese adesiva foi introduzida há poucas décadas 3 .

Citar os nomes dos autores no texto com seus respectivos números sobrescritos e data entre parênteses só quando for necessário enfatizá-los. Quando houver dois autores, mencionar ambos ligados pela conjunção “e”; se forem mais de três, cita-se o primeiro autor seguido da expressão *et al* . Ex: Loe *et al* . 2 (1965) comprovaram que o acúmulo de placa bacteriana está relacionado com o desenvolvimento da gengivite.

Citação de citação (*apud*) e comunicação pessoal devem ser citadas no texto e indicadas em notas de rodapé, com asterisco, sem fazer parte da lista de referências.