

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

Robert Wilson da Silva Tostes

**Análise da composição química dos cimentos Biodentine®,
MTA Angelus® branco, cinza e MTA Repair HP através de
microscopia eletrônica de varredura (MEV) acoplada a
espectrômetro de energia dispersiva (EDS)**

Juiz de Fora

2023

Robert Wilson da Silva Tostes

**Análise da composição química dos cimentos Biodentine®,
MTA Angelus® branco, cinza e MTA Repair HP 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 em Odontologia, da
Faculdade de Odontologia da
Universidade Federal de Juiz de Fora,
como parte dos requisitos para
obtenção do título de Cirurgião-
Dentista.

Orientadora: Profa. Dra. Anamaria Pessoa 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)

Tostes, Robert Wilson da Silva.

Análise da composição química dos cimentos Biodentine®, MTA Angelus® branco, cinza e MTA Repair HP através de microscopia eletrônica de varredura (MEV) acoplada a espectrômetro de energia dispersiva (EDS) / Robert Wilson da Silva Tostes. -- 2023.
59 f. : il.

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

1. MTA Angelus. 2. Biodentine. 3. composição química. 4. EDS. I. Leite, Anamaria Pessoa Pereira, orient. II. Título.



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

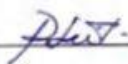
ROBERT WILSON DA SILVA TOSTES

**Análise da composição química dos cimentos Biodentine[®], MTA Angelus[®]
branco, cinza e MTA Repair HP através de microscopia eletrônica de
varredura (MEV) acoplada a espectrômetro de energia dispersiva (EDS)**

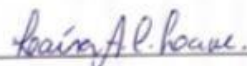
Trabalho de conclusão de curso apresentado à Faculdade de Odontologia da
Universidade Federal de Juiz de Fora como requisito parcial à obtenção do título
de Cirurgião-Dentista.

Aprovado em 02 de agosto de 2023.

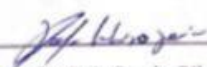
BANCA EXAMINADORA



Prof^ª. Dr^ª. Anamaria Pessoa Pereira Leite
Universidade Federal de Juiz de Fora



Prof^ª. Dr^ª. Laís Cortines Laxe
Universidade Federal de Juiz de Fora



Prof^ª. Dr^ª. Paula Ribeiro Garcia
Universidade Federal de Juiz de Fora

Robert Wilson da Silva Tostes

**Análise da composição química dos cimentos Biodentine[®],
MTA Angelus[®] branco, cinza e MTA Repair HP através de
microscopia eletrônica de varredura (MEV) acoplada a
espectrômetro de energia dispersiva (EDS).**

Monografia apresentada como trabalho de conclusão de curso de Graduação da Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Juiz de Fora (MG), como parte dos requisitos para a obtenção do título de Cirurgião-Dentista. Aprovada em 02 de agosto de 2023, pela Banca Examinadora composta por:

Prof^a. Dra. Anamaria Pessôa Pereira Leite

Doutora do Departamento de Clínica Odontológica – UFJF

Prof^a Dra. Laísa Araujo Cortines Laxe

Doutora do Departamento de Odontologia Restauradora – UFJF

Prof^a Dra. Paula Ribeiro Garcia

Doutora do Departamento de Clínica Odontológica – UFJF

Dedico este trabalho aos meus pais, Maria de Fátima da Silva Tomé e Carlos César Delvaux Tostes, por me darem a vida e serem os grandes construtores por trás desse sonho, aos meus amigos, que foram as pessoas que estiveram ao meu lado em todos os momentos e a todos aqueles que torcem por mim e pelo meu sucesso.

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a **Deus** por ter iluminado meus caminhos até aqui e ser meu amparo em todos os momentos.

Agradeço as instituições em que me tornaram quem sou e me ensinaram tudo que sei, a **Escola Municipal Theodoro Frederico Mussel**, **Escola Sebastião Patrus de Souza**, **Rede de Ensino Conexão**, em especial, à **Universidade Federal de Juiz de Fora**, por me propiciarem uma estrutura e um ensino de qualidade no Campus, me dando uma excelente formação.

Agradeço à **Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Juiz de Fora**, por oferecerem um curso de excelência, tanto nas disciplinas teóricas, quanto práticas e clínicas, além de uma educação de qualidade.

Agradeço a todos os meus professores que contribuíram para minha educação e formação. Em especial, a minha inenarrável e querida orientadora **Anamaria Pessoa Pereira Leite**, pois foi uma professora e amiga inigualável em seus grandes ensinamentos profissionais e pessoais. Ela foi primordial para que esse momento chegasse e me ensinou muito além da sala de aula, terá minha eterna gratidão. Agradeço a minha querida e amada professora, tutora do Grupo PET-Odontologia-UFJF e membro da minha banca, **Laísa Araujo Cortines Laxe**, que foi singular para minha formação, contribuindo lindamente para me tornar um Cirurgião-dentista diferenciado. Agradeço também, a querida professora e membro da minha banca, **Paula Ribeiro Garcia**, que mesmo em um curto período de tempo já conseguiu deixar o seu legado e seus ensinamentos para a minha vida profissional.

Agradeço ao **Grupo PET-Odontologia-UFJF**, que foi o projeto mais completo que já participei na Universidade, e que me proporcionou ensino, pesquisa e extensão e ensinamentos diferenciados que contribuíram fortemente para minha formação.

Agradeço aos meus amigos, que foram as pessoas em que eu mais convivi nesses últimos cinco anos e meio de graduação. Eles foram as pessoas com quem eu mais me aproximei, com quem eu mais aprendi, chorei, sorri e fui muito feliz. Eles deixam meus dias difíceis mais fáceis e os alegres ainda melhores. Por isso, não tenho palavras para agradecer e dizer o quão eu sou

mais feliz tendo eles na minha vida. São eles, meu melhor amigo, **Luiz Miguel Ferreira**, **Paula Mylena Paiva de Souza**, **Maria Fernanda Lamim Fuhrman**, **Júlia Neves Pereira da Silva**, **Clareliz Diógenes Santos**, **Wesley da Silva de Paiva**, **Sabrina Aparecida de Andrade**, **Beatriz Calzavara Pereira** e **Rebeca Ferreira Elerati**, em especial a minha amada e querida dupla, **Maria Clara Martins Uberaba**. Também queria agradecer a minha melhor amiga, **Pâmela da Silva Menezes**, que foi primordial em toda minha trajetória.

Agradeço ao meu namorado, **Leonardo Oliveira Silva**, por sempre estar do meu lado, por acreditar na minha capacidade, me incentivar e ser meu amparo. Ele faz com que todos os dias eu me torne um profissional e um ser humano melhor.

Agradeço aos meus verdadeiros professores e educadores, **MEUS PAIS**, por sempre acreditarem e investirem na minha educação. Sempre me deram suporte, desde a trajetória escolar até a acadêmica. Eu serei eternamente grato!

“A excelência deve ser perseguida e almejada com toda a força e esforço que cada um de nós temos. Cada dia tem uma nova batalha. Cada semana é um novo desafio. Todo barulho, todo glamour, toda cor, toda emoção e todo dinheiro, são coisas passageiras que ficam na memória. Mas o espírito, a vontade de se destacar, a vontade de vencer são coisas que duram para sempre ”

Beyoncé, Abertura do Super Bowl 2013

RESUMO

O objetivo do trabalho foi analisar a composição química dos cimentos Biodentine, MTA Angelus branco, cinza e MTA Repair HP. 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 câmpnula do metalizador, no qual uma fina camada de carbono 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 Biodentine: O, Na, Si, Ca, C, Au e Cl; para o MTA branco: O, Na, Al, Mg, Si, K, Ca, Bi; para o MTA cinza: O, Al, Mg, Si, S, K, Ca, Fe e Bi; e para o Repair: O, Al, Mg, Si, Ca, Fe, Sr, C, Rb e W. Desta forma, 16 elementos químicos foram identificados nas amostras analisadas: O, Na, Al, Mg, Si, S, K, Ca, Fe, Sr, Bi, C, Rb, W, Au e Cl. Destes elementos, 3 foram encontrados em todos os cimentos estudados: O, Ca, Si. O elemento Fe não foi verificado no Biodentine, mas foi encontrado nos cimentos MTA cinza e Repair. Já 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. Nas amostras analisadas, o Ca e o O foram os que mais apresentaram picos altos graficamente. A composição química dos cimentos hidráulicos é o fator mais importante para o entendimento das propriedades físicas, químicas e biológicas desses materiais.

Palavras-chave: MTA Angelus, Biodentine, composição química, EDS.

ABSTRACT

The objective of this work was to analyze the chemical composition of Biodentine cements, MTA Angelus white, gray and MTA Repair HP. For this purpose, 5 specimens of each type of cement studied were made, with a diameter of 4 mm and a height of 1 mm, in Stubs using conductive double-sided carbon tape. This set was taken to the metallizer bell, in which a thin layer of carbon was deposited on the surface so that the electrons could be conducted. Then, the samples were analyzed with the aid of a scanning electron microscope coupled to a dispersive energy spectrometry device. The collected data were submitted to the Kolmogorov-Smirnov statistical test to define data normality. The chemical elements that presented normal distribution (mean of 5%) were submitted to the ANOVA test and the Kruskal-Wallis test was applied to those that presented asymmetric distribution. After analyzing the chemical elements, the following were observed for Biodentine: O, Na, Si, Ca, C, Au and Cl; for white MTA: O, Na, Al, Mg, Si, K, Ca, Bi; for gray MTA: O, Al, Mg, Si, S, K, Ca, Fe and Bi; and for Repair: O, Al, Mg, Si, Ca, Fe, Sr, C, Rb and W. Thus, 16 chemical elements were identified in the analyzed samples: O, Na, Al, Mg, Si, S, K, Ca, Fe, Sr, Bi, C, Rb, W, Au and Cl. Of these elements, 3 were found in all cements studied: O, Ca, Si. The Fe element was not found in Biodentine, but was found in MTA gray and Repair cements. Bismuth was identified in white and gray cements. The elements Rb, W and C were found only in Angelus' new MTA formulation, Repair HP. In the analyzed samples, Ca and O were the ones that presented the most graphically high peaks. The chemical composition of hydraulic cements is the most important factor for understanding the physical, chemical and biological properties of these materials.

Keywords: MTA Angelus, Biodentine, chemical composition, EDS.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 – MTA Angelus Branco.....	31
Figura 2 – MTA Angelus Cinza.....	31
Figura 3 – MTA Angelus Repair HP.....	31
Figura 4 – BIODENTINE Septodont.....	31
Quadro 1 - Elementos químicos presentes em cada material analisado no estudo.....	33
Figura 5 – MTA B em MEV; MTA C em MEV; MTA HP Repair em MEV 10000X; MTA HP Repair em MEV 2000X; MTA HP Repair em MEV 2000X; MTA HP Repair em MEV 500X; Biodentine em MEV.....	34

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.....	29
--	----

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ABNT – Associação Brasileira de Normas Técnicas

Al – Alumínio

ANOVA – Análise de Variância

BD - Biodentine

Bi – Bismuto

C – Carbono

Ca – Cálcio

EDS – Energy Dispersive X-Ray spectrometer System

Fe - Ferro

INPE – Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais

K - Potássio

kV – kilovoltagem

Ltda – Sociedade empresarial de responsabilidade limitada

mA – miliampére

MEV – Microscopia Eletrônica de Varredura

Min - Minutos

Mg – Magnésio

mm – milímetro

MTA – Agregado de Trióxido Mineral

MTA B – MTA branco

MTA C – MTA cinza

MTA HP – MTA High Plasticity

Na – Sódio

nA – Nanoampere

O – Oxigênio

PR – Paraná

Rb – Rubídio

s – segundo

S – Enxofre

SA – Sociedade Anônima

Si – Silício

SP – São Paulo

Sr – Estrôncio

USA – United States of America

W – Tungstênio

Zn – Zinco

LISTA DE SÍMBOLOS

% - Por Cento

> - Maior que

< - Menor que

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO.....	17
2 PROPOSIÇÃO.....	20
3 ARTIGO CIENTÍFICO.....	21
4 CONCLUSÃO.....	49
REFERÊNCIAS.....	51
APÊNDICE.....	54
ANEXOS.....	56

1 INTRODUÇÃO

Existem disponíveis no arsenal odontológico alguns cimentos hidráulicos de silicato de cálcio para uso na Endodontia, sendo o Agregado de Trióxido Mineral (MTA) o primeiro a ser introduzido e o mais extensamente estudado. O MTA é composto por cimento Portland e óxido de bismuto na proporção de 4/1 (TORABINEJAD e WHITE, 1993). O mesmo foi desenvolvido na Universidade de Loma Linda (Califórnia – USA) com o objetivo de ser empregado como material retroobturador e em casos de perfurações radiculares comunicantes (LEE, MONSEF, TORABINEJAD, 1993; TORABINEJAD et al., 1995). Foi comercializado como ProRoot MTA® em 1998 pela Dentsply (Tulsa Dental, de Oklahoma, EUA) e disponibilizado no Brasil em 1999. Poucos anos depois, a Angelus Indústria de Produtos Odontológicos SA, com sede no Paraná (Brasil), com o intuito de diminuir o tempo de presa do produto, removeu de sua formulação o componente químico sulfato de cálcio (gesso), e dessa forma, lançou o MTA nacional (MTA Angelus®) na cor cinza (MTA C) em 2001 e na cor branca (MTA B) em 2004 (CAMILLERI et al., 2005; ESTRELA et al., 2000; PARIROKH e TORABINEJAD, 2010; WUCHERPFENING e GREEN, 1999).

O MTA foi desenvolvido como um cimento reparador para uso endodôntico, entretanto, devido as propriedades apresentadas em relação à biocompatibilidade, capacidade de selamento e bioatividade, suas indicações foram ampliadas e estendidas para outras aplicações clínicas na Odontologia (JACOBOVITZ e DE LIMA, 2008; SHABAHANG e TORABINEJAD, M, 2000). Seu desempenho diferenciado é amplamente atribuído à sua bioatividade, ou seja, a sua capacidade de produzir espontaneamente uma camada de apatita quando em contato com fluidos fisiológicos contendo fosfato (CAMILLERI e PITT FORD, 2006; GANDOLFI et al., 2010; GANDOLFI et al., 2011; HAN, OKIJI e OKAWA, 2010).

Entretanto, os cimentos MTA apresentam algumas desvantagens que dificultam seu uso, tais como: baixa resistência mecânica, consistência arenosa (má característica de manuseio), longo tempo de presa e escurecimento dos dentes e gengivas (ESTRELA et al., 2023; JACOBOVITZ et al., 2009; MARCIANO, DUARTE, CAMILLERI, 2015; PRATI e GANDOLFI, 2015).

A fim de contornar essas limitações, no início de 2016, a Angelus Indústria de Produtos Odontológicos S.A. (Paraná, Brasil) lançou o MTA Repair HP, agora sob a forma de um material biocerâmico reparador de alta plasticidade, possuindo as mesmas características biológicas do MTA tradicional, mas com o manuseio e a inserção de forma mais fácil, devido à adição de um plastificante ao líquido e à mudança do tamanho das partículas do MTA (Angelus Ciência e Tecnologia).

Ainda assim, os agentes dispersantes e plastificantes presentes na composição do MTA Repair HP podem alterar a resposta biológica ao material, visto que esses plastificantes podem conter resinas que inibem a proliferação celular, o que pode promover possíveis danos sistêmicos (BENETTI et al., 2019; DELFINO et al., 2021; GUIMARÃES et al., 2018; LIMA et al., 2020; QUEIROZ, et al., 2021; SARZEDA et al., 2019; TOMÁS-CATALÁ et al., 2017; TOMÁS-CATALÁ et al., 2018).

Em 2009, a Septodont® (Saint Maur des Fosses, França) lançou o Biodentine (BD) no mercado europeu e disponibilizou o referido material para ser comercializado no Brasil em 2018. O BD é um biocerâmico à base de silicato de cálcio que inicialmente foi idealizado para ser usado como um substituto bioativo da dentina, contudo devido às suas propriedades físico-químicas, biológicas e de manuseio (BENETTI et al., 2019; CAMPI et al., 2023; De ROSSI et al., 2014; MALKONDU et al., 2014; RAJASEKHARAN et al., 2018; SELTBON et al., 2014), atualmente, vem sendo indicado para as mesmas indicações clínicas propostas às formulações de MTA, em especial naquelas onde o aspecto estético se faz presente, uma vez que tal material não provoca o escurecimento da coroa dental (DEMIRCI et al., 2021; MARCONYAK et al., 2016; RAJASEKHARAN et al., 2014) e em situações onde um menor tempo de presa é necessário (CAMILLERI, SORRENTINO e DAMIDOT, 2013; RAJASEKHARAN et al., 2014).

O BD inicialmente foi produzido para ser empregado na Odontologia Restauradora, entretanto, pesquisas recentes indicaram resultados promissores quando o mesmo foi utilizado como cimento reparador endodôntico e comparado às formulações de MTA existentes (RAJASEKHARAN et al., 2018).

Frente ao exposto torna-se necessária a identificação dos elementos químicos do material supracitado a fim de compará-los às composições químicas dos cimentos Angelus reparadores cinza, branco e Repair HP para identificar e

comparar às propriedades físico-químicas e biológicas provenientes das formulações estudadas e, desta forma, entender os seus mecanismos de ação e correlacioná-los às aplicações clínicas na Odontologia.

2 PROPOSIÇÃO

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

3 ARTIGO CIENTÍFICO

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

*Analysis of the chemical composition of the cements BIODENTINE®, MTA
Angelus® White and Gray and MTA Repair HP through scanning electron
microscopy coupled to a dispersive energy spectrometer.*

Robert Wilson da Silva TOSTES ^a

Anamaria Pessôa Pereira LEITE ^b

a - Acadêmico da Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Juiz de Fora, MG, Brasil. E-mail: robert.tostes@odontologia.ufjf.br

b - Doutora em Endodontia - FOP/UPE, Professora Associada IV do Núcleo de Endodontia, da Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Juiz de Fora, MG, Brasil. E-mail: leiteanamarca@hotmail.com

RESUMO

O objetivo do trabalho foi analisar a composição química dos cimentos Biodentine, MTA Angelus branco, cinza e MTA Repair HP. 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 carbono 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 Biodentine: O, Na, Si, Ca, C, Au e Cl; para o MTA branco: O, Na, Al, Mg, Si, K, Ca, Bi; para o MTA cinza: O, Al, Mg, Si, S, K, Ca, Fe e Bi; e para o Repair: O, Al, Mg, Si, Ca, Fe, Sr, C, Rb e W. Desta forma, 16 elementos químicos foram identificados nas amostras analisadas: O, Na, Al, Mg, Si, S, K, Ca, Fe, Sr, Bi, C, Rb, W, Au e Cl. Destes elementos, 3 foram encontrados em todos os cimentos estudados: O, Ca, Si. O elemento Fe não foi verificado no Biodentine, mas foi encontrado nos cimentos MTA cinza e Repair. Já 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. Nas amostras analisadas, o Ca e o O foram os que mais apresentaram picos altos graficamente. A composição química dos cimentos hidráulicos é o fator mais importante para o entendimento das propriedades físicas, químicas e biológicas desses materiais.

PALAVRAS-CHAVE: MTA Angelus, Biodentine, composição química, EDS

ABSTRACT

The objective of this work was to analyze the chemical composition of Biodentine cements, MTA Angelus white, gray and MTA Repair HP. For this purpose, 5 specimens of each type of cement studied were made, with a diameter of 4 mm and a height of 1 mm, in Stubs using conductive double-sided carbon tape. This set was taken to the metallizer bell, in which a thin layer of carbon was deposited on the surface so that the electrons could be conducted. Then, the samples were analyzed with the aid of a scanning electron microscope coupled to a dispersive energy spectrometry device. The collected data were submitted to the Kolmogorov-Smirnov statistical test to define data normality. The chemical elements that presented normal distribution (mean of 5%) were submitted to the ANOVA test and the Kruskal-Wallis test was applied to those that presented asymmetric distribution. After analyzing the chemical elements, the following were observed for Biodentine: O, Na, Si, Ca, C, Au and Cl; for white MTA: O, Na, Al, Mg, Si, K, Ca, Bi; for gray MTA: O, Al, Mg, Si, S, K, Ca, Fe and Bi; and for Repair: O, Al, Mg, Si, Ca, Fe, Sr, C, Rb and W. Thus, 16 chemical elements were identified in the analyzed samples: O, Na, Al, Mg, Si, S, K, Ca, Fe, Sr, Bi, C, Rb, W, Au and Cl. Of these elements, 3 were found in all cements studied: O, Ca, Si. The Fe element was not found in Biodentine, but was found in MTA gray and Repair cements. Bismuth was identified in white and gray cements. The elements Rb, W and C were found only in Angelus' new MTA formulation, Repair HP. In the analyzed samples, Ca and O were the ones that presented the most graphically high peaks. The chemical composition of hydraulic cements is the most important factor for understanding the physical, chemical and biological properties of these materials.

KEY WORDS: *MTA Angelus, Biodentine, chemical composition, EDS*

INTRODUÇÃO

Existem disponíveis no arsenal odontológico alguns cimentos hidráulicos de silicato de cálcio para uso na Endodontia, sendo o Agregado de Trióxido Mineral (MTA) o primeiro a ser introduzido e o mais extensamente estudado. O MTA é composto por cimento Portland e óxido de bismuto na proporção de 4/1¹. O mesmo foi desenvolvido na Universidade de Loma Linda (Califórnia – USA) com o objetivo de ser empregado como material retroobturador e em casos de perfurações radiculares comunicantes^{2,3}. Foi comercializado como ProRoot MTA® em 1998 pela Dentsply (Tulsa Dental, de Oklahoma, EUA) e disponibilizado no Brasil em 1999. Poucos anos depois, a Angelus Indústria de Produtos Odontológicos SA, com sede no Paraná (Brasil), com o intuito de diminuir o tempo de presa do produto, removeu de sua formulação o componente químico sulfato de cálcio (gesso), e dessa forma, lançou o MTA nacional (MTA Angelus®) na cor cinza (MTA C) em 2001 e na cor branca (MTA B) em 2004⁴⁻⁸.

O MTA foi desenvolvido como um cimento reparador para uso endodôntico, entretanto, devido as propriedades apresentadas em relação à biocompatibilidade, capacidade de selamento e bioatividade, suas indicações foram ampliadas e estendidas para outras aplicações clínicas na Odontologia^{9,10}.

Seu desempenho diferenciado é amplamente atribuído à sua bioatividade, ou seja, a sua capacidade de produzir espontaneamente uma camada de apatita quando em contato com fluidos fisiológicos contendo fosfato¹¹⁻¹⁴.

Entretanto, os cimentos MTA apresentam algumas desvantagens que dificultam seu uso, tais como: baixa resistência mecânica, consistência arenosa (má característica de manuseio), longo tempo de presa e escurecimento dos dentes e gengivas¹⁵⁻¹⁸.

A fim de contornar essas limitações, no início de 2016, a Angelus Indústria de Produtos Odontológicos S.A. (Paraná, Brasil) lançou o MTA Repair HP, agora sob a forma de um material biocerâmico reparador de alta plasticidade, possuindo as mesmas características biológicas do MTA tradicional, mas com o manuseio e a inserção de forma mais fácil, devido à adição de um plastificante ao líquido e à mudança do tamanho das partículas do MTA¹⁹.

Ainda assim, os agentes dispersantes e plastificantes presentes na composição do MTA Repair HP podem alterar a resposta biológica ao material, visto que esses plastificantes podem conter resinas que inibem a proliferação celular, o que pode promover possíveis danos sistêmicos²⁰⁻²⁷.

Em 2009, a Septodont® (Saint Maur des Fosses, França) lançou o Biodentine (BD) no mercado europeu e disponibilizou o referido material para ser comercializado no Brasil em 2018. O BD é um biocerâmico à base de silicato de cálcio que inicialmente foi idealizado para ser usado como um substituto bioativo da dentina, contudo devido às suas propriedades físico-químicas, biológicas e de manuseio^{20,28-32}, atualmente, vem sendo indicado para as mesmas indicações clínicas propostas às formulações de MTA, em especial naquelas onde o aspecto estético se faz presente, uma vez que tal material não provoca o escurecimento da coroa dental^{33,34,36} e em situações onde um menor tempo de presa é necessário^{33,35}.

O BD inicialmente foi produzido para ser empregado na Odontologia Restauradora, entretanto, pesquisas recentes indicaram resultados promissores quando o mesmo foi utilizado como cimento reparador endodôntico e comparado às formulações de MTA existentes³¹.

Frente ao exposto torna-se necessária a identificação dos elementos químicos do material supracitado a fim de compará-los às composições químicas dos cimentos

Angelus reparadores cinza, branco e Repair HP para identificar e comparar as propriedades físico-químicas e biológicas provenientes das formulações estudadas e desta forma entender os seus mecanismos de ação e correlacioná-los às aplicações clínicas na Odontologia.

PROPOSIÇÃO

O presente trabalho teve por objetivo analisar a composição química dos cimentos BIODENTINE[®], MTA Angelus[®] branco e cinza e do cimento MTA Repair HP através da microscopia eletrônica de varredura acoplada à espectrometria de energia dispersiva (MEV/EDS).

MATERIAIS E MÉTODOS

Para a avaliação da composição química do cimento Biodentine (Septodont – TDV Dental Ltda., Brasil, Pomerode, SC, Brasil) foi utilizada a Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) acoplada ao Espectômetro de Energia Dispersiva (EDS – Energy Dispersive Spectroscopy) do Laboratório de Microscopia do Instituto Militar de Engenharia (IME-RJ). Para que as amostras sejam analisadas de forma adequada, elas necessitam de ser condutoras de energia. Portanto, os corpos de prova do Biodentine sofreram o processo de metalização, processo esse que transforma a superfície dos espécimes a serem analisados em áreas condutoras. Para isso, foram fixados cinco espécimes de Biodentine, medindo 4mm de diâmetro e 1mm de altura. Os corpos de prova foram fixados em *Stubs*, um tipo de receptáculo utilizado para leitura em MEV, em que se utiliza uma fita dupla face de carbono condutora. Todo o conjunto foi levado à câmara do Metalizador Leica EM ACE600 por 10 minutos, sendo que neste período foi passada uma corrente de 150mA em um alvo puro de Ouro (Au), resultando na deposição de uma fina camada do elemento condutor que compõe o alvo, tornando possível a condução dos elétrons para as análises no Microscópio Eletrônico de Varredura

(MEV). Posteriormente, as amostras foram levadas ao Microscópio Eletrônico de Varredura (modelo Quanta FEG 250- FEI Company, Hillsboro, Oregon, EUA) que detinha um EDS Bruker e-Flash (Bruker Corporation Billerica, Massachusetts, Estados Unidos) acoplado a ele para análises semi-quantitativas.

A fim de avaliar a composição química dos cimentos MTA Angelus branco, cinza e MTA Repair HP (Angelus Indústria de Produtos Odontológicos S/A, Londrina, PR, Brasil) também foi utilizada a MEV acoplada ao EDS (Energy Dispersive System) do Instituto de Geociências da Unicamp, para os dois primeiros e do Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais (INPE) para o MTA Repair HP. Para adequada leitura das amostras, também se realizou o processo de metalização. Assim como, cinco corpos de prova de cada tipo de cimento estudado, com diâmetro de 4mm e altura de 1mm, em *Stubs* utilizando a fita condutora de carbono dupla face, foram encaixados a uma placa de platina do MEV. Esse conjunto foi levado à campânula do metalizador (Emitech K450) por 1 min e 30s sob corrente de 50mA, no qual uma fina camada de elemento condutor, neste caso o carbono, foi depositado na superfície para que os elétrons pudessem ser conduzidos quando da análise das amostras no Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV).

Em seguida, as amostras foram levadas ao Microscópio Eletrônico de Varredura LEO 430i (EUA), que possuía acoplado a ele um espectrômetro de energia dispersiva (EDS) (Oxford Instruments, Inglaterra) para análises semi-quantitativas. A energia do feixe foi mantida em 20 kV e a corrente do feixe atingiu as amostras com valores de 6000pA, conforme necessidade de ajuste do brilho/contraste e da qualidade (contagens) das análises EDS.

A Tabela 1 exemplifica o número de amostras que foram estudadas para o teste EDS, o número de pontos analisados de cada uma das amostras, o número total de pontos analisados para cada material e o número total de pontos analisados no estudo.

Tabela 1 – o número de amostras usadas no teste EDS, o total de pontos examinados para cada amostra, o total de pontos examinados para cada material e o total de pontos usados no estudo.

	Quantidade de amostras analisadas para cada material	Nº de pontos analisados para cada amostra	Total de pontos analisados para cada material	Total de pontos utilizados no estudo
BIODENTINE	5	6	30	30
MTA B	5	6	30	29
MTA C	5	6	30	30
MTA HP	5	6	30	29
Repair				

Para proporcionar uma boa visualização dos elementos químicos contidos em cada uma dessas amostras, os pontos de análise foram escolhidos aleatoriamente na superfície de cada amostra, visando rastrear várias regiões.

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

Kolmogorov-Smirnov foi usado para determinar a normalidade dos dados. Isso significava que a distribuição dos dados era normal (médias >5%) ou assimétrica (médias <5%). O teste ANOVA foi usado para os elementos químicos com distribuição normal. Além disso, o teste Kruskal-Wallis foi aplicado aos elementos químicos com distribuição assimétrica.

Foi utilizado o teste de Tukey para comparar as diferenças entre as médias ou medianas das concentrações dos elementos químicos comuns a cada material.

Deste modo, comparou-se a média/medianas das concentrações dos elementos químicos dos diferentes cimentos pesquisados 2 a 2, apresentando como referencial o material que apresentou média/mediana mais alta para determinado elemento químico.



Figura 1: MTA Angelus Branco.



Figura 2: MTA Angelus Cinza.



Figura 3: MTA Angelus Repair HP.



Figura 4: BIODENTINE Septodont.

RESULTADOS

O Oxigênio (O), o Cálcio (Ca) e o Silício (Si) foram detectados em todos os quatro cimentos analisados, sendo que os dois primeiros supracitados foram encontrados com médias de concentrações elevadas, 26,9% e 27,8%, respectivamente, não apresentando diferenças estatísticas entre as amostras. Já o Silício (Si) apresentou menores picos de concentração quando comparado aos verificados para os elementos supracitados.

O Alumínio (Al) e o Magnésio (Mg), apenas não foram detectados no BD, sendo que o primeiro elemento apresentou menor média de concentração no MTA C e maior média de concentração no MTA Repair HP. O MTA B, quando comparado com o de maior média de concentração (MTA Repair HP) não demonstrou diferença estatística significativa. Por sua vez, o Magnésio (Mg) foi encontrado em baixo percentual. Ao se comparar os materiais com maior média, podemos concluir que não houve diferenças estatísticas observadas entre eles.

O Sódio (Na) foi observado nos cimentos BD e MTA B, porém em baixo percentual à nível de pico, não apresentando diferença estatística entre os demais materiais testados.

O Potássio (K) foi encontrado nos MTA B e MTA C. O Ferro (Fe) foi observado tanto no MTA C quanto no MTA Repair HP. Entretanto, em médias de percentuais insignificantes, não apresentando diferenças estatísticas entre os materiais estudados. Já o Bismuto (Bi) foi encontrado apenas nos cimentos MTA B e MTA C, porém, também não houve diferença estatística para este elemento, entre os materiais supracitados. O Carbono (C) se apresentou no BD e no MTA Repair HP, com média de concentração de 9,35%.

Apenas o MTA C apresentou o Enxofre (S) e unicamente o MTA Repair HP apresentou os elementos o Estrôncio (Sr), o Rubídio (Rb) e o Tungstênio (W) com média de concentração de 18,46%. No BD foi detectado Cloro (Cl) e Ouro (Au), sendo que o segundo foi devido ao processo de metalização previsto para a análise da composição química.

No quadro abaixo estão indicados os elementos químicos observados em cada material, com base nos resultados encontrados:

Quadro 1- Elementos químicos presentes em cada material de estudo.

		Elementos Químicos															
		O	Na	Al	Mg	Si	S	K	Ca	Fe	Sr	Bi	C	Rb	W	Au	Cl
MATERIAIS DE ESTUDO	Biodentine	X	X			X			X				X			X	X
	MTA Branco	X	X	X	X	X		X	X			X					
	MTA Cinza	X		X	X	X	X	X	X	X		X					
	MTA Repair HP	X		X	X	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. E para o Biodentine pode-se observar uma coloração homogênea acinzentada. Conforme a figura 5 a-h.

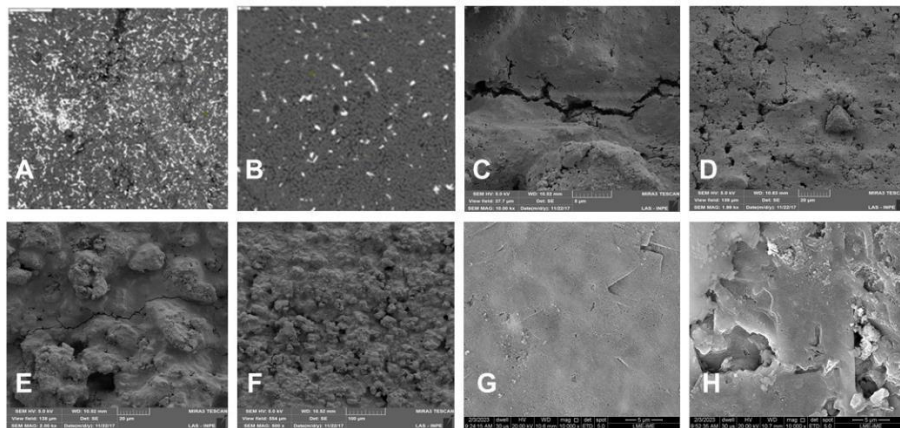


Figura 5: A) MTA B em MEV (**Fonte:** Instituto de Geociência – Unicamp); B) MTA C em MEV (**Fonte:** Instituto de Geociência – Unicamp); C) MTA HP Repair em MEV 10000X (**Fonte:** Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais – INPE); D) MTA HP Repair em MEV 2000X (**Fonte:** Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais – INPE); E) MTA HP Repair em MEV 2000X (**Fonte:** Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais- INPE); F) MTA HP Repair em MEV 500X (**Fonte:** Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais- INPE); G) e H) BIODENTINE em MEV (**Fonte:** Instituto Militar de Engenharia -IME-RJ).

DISCUSSÃO

A composição química dos cimentos é o fator mais importante para o entendimento das propriedades físicas, químicas e biológicas desses materiais, que estão em íntimo contato com os tecidos periapicais, pois permite uma melhor compreensão das características e semelhanças em suas respostas teciduais. Assim, a busca contínua por materiais bioativos capazes de auxiliar na substituição do tecido pulpar danificado, com efetivo potencial de selamento e biocompatibilidade, tem representado a atenção de estudos nas últimas décadas¹⁵.

O Agregado de Trióxido Mineral (MTA), proposto por Mohamoud Torabinejad nos anos 90 (Loma Linda University, Califórnia), é um material que também pode ser classificado como cimento hidráulico⁴, sendo bem aceito e amplamente estudado na Endodontia. O mesmo foi inicialmente idealizado para o emprego do selamento de perfurações radiculares comunicantes e retroobturações². O MTA é um cimento de silicato de cálcio, cuja composição é cimento Portland com adição de um radiopacificador^{6,7}. Ele é composto, portanto, por aproximadamente 75% de cimento Portland, 5% de sulfato de cálcio hidratado (gesso) e 20% de óxido de bismuto. A composição química do MTA inclui silicato tricálcico, aluminato tricálcico, óxido tricálcico e óxido de silicato, sendo o silicato tricálcico seu principal constituinte^{4,11}.

Wucherpfenning e Green, em 1999⁸, observaram que o MTA e o cimento Portland apresentavam características macroscópicas e microscópicas idênticas quando da análise de difração de raios-x. Tal verificação também foi encontrada por Estrela et al., 2000⁵, os quais identificaram os elementos presentes nos cimentos MTA e Portland por espectrômetro de fluorescência de raios-x e constataram em seus resultados que o cimento Portland contém os mesmos elementos químicos observados no MTA, exceto o elemento

bismuto (Bi), o qual apenas foi identificado neste último por conter o óxido de bismuto como radiopacificador⁵.

No Brasil, em 2001, a empresa Angelus Soluções Odontológicas S/A (Paraná, Brasil) lançou no mercado odontológico nacional o MTA C na forma de pó/líquido, agora em uma versão melhorada. Seu tempo de presa foi diminuído com a remoção do sulfato de cálcio (gesso) que estava presente no ProRoot^{6,7,32}. Apesar do aprimoramento supracitado o MTA C apresentou um escurecimento coronal e gengival, que do ponto estético não é desejável. Em virtude disso, para contornar essa desvantagem, a Angelus lançou, em 2004, o MTA B, no qual foi suprimido o Fe, pois se acreditava que ele era o elemento determinante do manchamento coronal. No presente estudo pode ser observado (Quadro 1) que não foi detectada a presença do Fe nas análises do MTA B, estando de acordo com os achados encontrados por Parirokh e Torabinejad (2010)^{6,7} e Sarzeda et al (2019)²⁵.

Com o passar dos anos, foi observado que o MTA B, apesar da supressão do elemento Fe, igualmente provocava o escurecimento coronário quando do seu uso. Tal situação apenas foi explicada no ano de 2014, quando foi verificado que este efeito negativo acontecia em decorrência do radiopacificador contido no pó da formulação, o óxido de bismuto, o qual ao reagir com resquícios da substância irrigadora hipoclorito de sódio, ou até mesmo com a luz e oxigênio, ocasiona a formação de um precipitado escurecido, o qual determina o efeito do manchamento da coroa dental¹⁷. O presente estudo, no Quadro 1, o elemento Bi foi detectado nos dois cimentos, o cinza e branco da Angelus, demonstrando estar de acordo com o trabalho acima mencionado.

Em função das exigências do mercado odontológico e a ampliação das aplicabilidades clínicas do MTA, os fabricantes entenderam que este material precisaria apresentar aprimoramento na consistência, diminuição do tempo de presa, melhores

características de manuseio e a não determinação do escurecimento coronário. Por isso, a composição e a fabricação do MTA se modificou mais uma vez e, em 2016, a empresa Angelus lançou o MTA Repair HP. Este material apresenta alta plasticidade a fim de melhorar as propriedades físico-químicas e de manuseio²⁵. Apresenta o tungstato de cálcio como agente radiopacificador, o qual não provoca a descoloração dos dentes e promove radiopacidade adequada¹⁷. No presente estudo, quando da avaliação do MTA Repair HP (Quadro 1) foi detectado o elemento W, não foi observada a presença do elemento Bi e foi encontrado novamente o elemento Fe, assim como verificado na análise do MTA C. Tais resultados concordam com os apresentados por Tomás- Catalá et al (2017)²⁶, Tomás- Catalá et al (2018)²⁷ e Sarzeda et al (2019)²⁵.

O MTA Repair HP possui um plastificante orgânico em seu líquido, o que parece aumentar sua resistência de união de extrusão quando comparado com o MTA B²⁰. O líquido MTA Repair HP contém polímeros, que melhoram a plasticidade^{20,27} e promovem maior escoamento que o MTA Angelus B²⁰.

No entanto, agentes dispersantes e plastificantes adicionados ao MTA Repair HP podem alterar a resposta biológica dos materiais²³, pois esses plastificantes podem conter resinas que inibem a viabilidade e proliferação celular, o que pode promover possíveis danos sistêmicos²¹.

Já os achados de Queiroz (2021)²⁴ revelaram que os plastificantes e outras substâncias presentes no MTA Repair HP não promoveram lesões significativas ao tecido conjuntivo quando comparados com Silicato tricálcico somado ao tungstado de cálcio. Durante a escolha de um material reparador, é importante ter em mente que os produtos de reação do material estarão em contato direto com os tecidos. Assim, o recrutamento de células inflamatórias induzido por materiais pode ser transitório e o material de reparo pode estimular a proliferação de células residentes, bem como induzir a secreção de

componentes estruturais de tecidos saudáveis. Os achados, em conjunto indicam que o MTA Repair HP é biocompatível, induz o reparo do tecido conjuntivo e provavelmente pode exibir bioatividade²⁴.

Os biomateriais contendo silicato tricálcico sintetizado são propostos como materiais de reparo devido às suas boas propriedades biológicas³⁵, visto que eles também permitem a precipitação de cristais de calcita e estimula a produção de osteocalcina, sugerindo que este material possui potencial mais bioativo²⁴.

A análise EDS do estudo de Demirci et al (2021)³⁶ mostrou que a presença de C, O e Ca na composição dos cimentos MTA testados sugeriram a bioatividade e interação desses cimentos com a dentina³⁶. Tais elementos também foram identificados no presente estudo (Quadro 1). Vários elementos químicos como Ag, Al, Ba, Bi, Ni, S, Zn, Zr, Tc e W podem prejudicar as células humanas em certas concentrações³⁶. No presente trabalho, o Al foi encontrado nas três formulações de MTA's analisados. O Bi no MTA B, o S apenas no MTA C e W foi encontrado apenas no MTA Repair HP. Estes resultados estão em consonância com os verificados por Tomás-Catalá et al (2017)²⁶, Tomás-Catalá et al (2018)²⁷ e Sarzeda et al (2019)²⁵.

Para Demirci et al (2021)³⁶, apesar da quantidade relativa de Mg não ser uma preocupação, o teor relativamente alto de Fe e Zn requer a triagem da toxicidade desses metais pesados. O alto teor de Zr e as baixas quantidades de Bi e Fe podem ser questionados quanto aos efeitos citotóxicos³⁶. Sendo que no presente estudo o Fe foi encontrado no MTA cinza e Repair HP e o Bismuto no Branco e no Cinza. O Zn e Zr não foram detectados em nenhum dos cimentos analisados.

Pelo MTA ser um cimento de silicato de cálcio, novos materiais com composição semelhante têm sido propostos com características adicionais que permitem uma melhor aplicação clínica, que facilitam o manuseio e a manipulação e minimizam a descoloração

coronal. Para alcançar esse objetivo, novos cimentos de silicato de cálcio, também chamados de biocerâmicos foram desenvolvidos, os quais formam uma estrutura coloidal após a hidratação e se desenvolvem sequencialmente em uma estrutura dura³¹.

O BD tem sido frequentemente reconhecido na literatura como um material promissor, dado como um importante representante dos cimentos à base de silicato tricálcico usados na Odontologia, visto que anteriormente quando lançado ele foi indicado apenas como um excelente substituto ativo de dentina, conquistando seu espaço na Dentística Restauradora. Porém, nos dias atuais, foi comprovado que as suas aplicabilidades clínicas acompanham as indicadas ao MTA³¹. Sua formulação é apresentada na forma de pó/líquido. O pó, é apresentado em cápsula e é composto principalmente por silicato tricálcico, com menor porcentagem de carbonato de cálcio, e óxido de zircônio como radiopacificador. O líquido é composto principalmente por água, mas também contém cloreto de cálcio como acelerador de presa e um agente redutor de água³⁵. O presente estudo está de acordo com os autores anteriormente citados, visto que no Quadro 1 pode-se observar a presença de Cl, devido à adição do cloreto de cálcio como acelerador de presa do material.

As propriedades físicas e biológicas aprimoradas do BD podem ser atribuídas à presença de tamanho de partícula mais fina, uso de óxido de zircônio como radiopacificador, pureza do silicato tricálcico, ausência de silicato dicálcico e adição de cloreto de cálcio e polímero hidrossolúvel. Além disso, como o BD supera as principais desvantagens do MTA, ele tem grande potencial para revolucionar as diferentes modalidades de tratamento em Odontopediatria e Endodontia, especialmente após lesões traumáticas³¹.

Sua bioatividade, se expressa através da liberação de vários elementos, como íons de cálcio, levando à formação de dentina reparadora no local. Além disso, detém

propriedades antibacterianas, que são altamente desejáveis em lesões cariosas profundas e suas propriedades mecânicas são bem superiores e melhoradas em comparação com outros materiais de cobertura. E quando comparado com os cimentos à base de MTA, amplamente propostos e aplicados em procedimentos clínicos semelhantes, o BD se destaca em suas propriedades físicas, biológicas e procedimentos de manuseio³¹.

As vantagens sobre o MTA incluem a eliminação de oligoelementos e de fases à base de alumínio pelo uso de silicato tricálcico puro em sua composição³⁵, ausência de descoloração dos dentes pela inclusão de óxido de zircônio em vez de óxido de bismuto¹⁷ e um menor tempo de presa (aproximadamente 10/12 min), como resultado do cloreto de cálcio na solução aquosa³⁵. Também apresenta maior resistência quando comparado a outros materiais similares, graças à menor relação água/cimento possível devido à incorporação do policarboxilato na solução aquosa³¹ e uma maior taxa inicial de liberação de íons de cálcio³⁵. Tais achados corroboram com o presente estudo, o qual verificou a ausência de Bi no BD de acordo com o Quadro 1.

O estudo de Seltbon et al (2014)³⁰ empregou um microscópio eletrônico de varredura ambiental - raios-X dispersivos de energia (ESEM-EDX) para analisar a composição elementar (% em peso) do pó de BD não hidratado e relataram a presença de C (4,34 e 9,7), O (42 e 38,5), Si (7,3 e 7,7), Ca (39 e 41,9) e Zr (2,2 e 2,2), respectivamente. Quando comparados com o presente estudo (Quadro 1), o Zr foi o único elemento não detectado na atual análise, contudo, todos os outros quatro também foram encontrados.

Estudos recentes baseados em análise de dispersão de energia de raios X (EDX) sugerem a ausência de silicato dicálcico na BD³⁰. Confirma, portanto, os dados de estudos anteriores de Camilleri, Sorrentino e Damidot (2013)³⁵, que usaram EDX para definir que o BD é composto principalmente de cimento de silicato tricálcico, o que facilita uma

melhor purificação durante o processo de fabricação e pode explicar o tamanho de partícula mais homogêneo³⁵. No presente estudo, na análise do BD não foram encontrados metais pesados como o Al, Bi, S e W, diferentemente das análises dos MTA's nas quais foram observados em suas composições, evidenciando-se novamente a pureza do BD, uma vez que o presente estudo também não detectou esses elementos (Quadro 1).

A maior liberação de íons cálcio do BD pode ser atribuída à presença de silicato tricálcico puro, cloreto de cálcio, formação aumentada de hidróxido de cálcio e alta solubilidade. Além disso, BD induziu um aumento no pH da água de imersão, indicando alcalinização³¹.

O emprego do BD foi relatado em várias terapias odontológicas, dentre estas: capeamento direto da polpa, pulpotomia parcial, pulpotomia, sulco palatogengival, sulco palatorradicular, apicificação, apicigênese, revascularização/regeneração pulpar em visita única, reabsorção interna, reabsorção cervical invasiva, reparo de perfuração, fratura radicular vertical incompleta, cirurgia endodôntica e restauração retrógrada. Tais relatos de casos defenderam o uso de BD, uma vez que foram observados: aspectos radiográficos satisfatórios, a ausência de sintomatologia clínica pós-operatória e processo cicatricial instalado³¹.

Portanto, os materiais hidráulicos à base de silicato de cálcio têm sido utilizados como biomateriais devido às suas propriedades biológicas e físico-químicas adequadas, além de sua bioatividade³⁵.

Em uma análise de difração de raios-x foi verificado que o silicato tricálcico era 99% puro, enquanto o cimento Portland continha apenas 68% de silicato tricálcico. Além disso, o silicato tricálcico puro proporcionou maior deposição de hidroxiapatita após imersão em solução fisiológica quando comparado ao Cimento Portland³⁵. Assim,

materiais silicato tricálcico experimentais têm sido propostos como materiais alternativos ao MTA Angelus²⁴.

Os cimentos de silicato de cálcio, dentre os quais consta o MTA, apresentam uma resposta biológica favorável ao estímulo para a deposição de tecido mineralizado nas áreas seladas e em contato com tecido conjuntivo. Este fato é decorrente da similaridade entre os elementos químicos, em especial devido a dissociação iônica, ao potencial estímulo de enzimas teciduais e a contribuição com um meio alcalino decorrente do pH destes materiais. O comportamento dos materiais bioativos, em especial o MTA e os novos cimentos de silicato de cálcio na atividade de selamento biológico mostraram-se efetivos. A endodontia contemporânea conta com o potencial de materiais bioativos com propriedades análogas capazes de estimular o selamento biológico em perfurações radiculares laterais e de furca, em obturações radiculares, capeamento pulpar, pulpotomia, apicificação e procedimentos endodônticos regenerativos, além de outras condições clínicas¹⁵.

O estudo de Queiroz et al (2021)²⁴ inferiu que a dissociação iônica de materiais de silicato de cálcio pode induzir a proliferação de fibroblastos, culminando com o reparo do tecido conjuntivo²⁴. As reações teciduais nos cimentos de silicato de cálcio começam antes da presa do material e continuam até o reparo tecidual completo. As reações iniciais são desencadeadas pela hidratação do di e tri-silicato de cálcio, favorecendo a dissolução de íons do material anidro. Nesta primeira etapa, a formação de hidrato de silicato de cálcio e hidróxido de cálcio ocorre, resultando na cristalização dos hidratos que determina a resistência do material. Essa hidratação pode ocorrer através do contato com água ou líquidos que contenham água. A partir da formação do hidróxido de cálcio e sua dissociação, há uma liberação contínua de íons cálcio e hidroxila¹⁸.

Picos de cálcio em cristais prismáticos cúbicos, provavelmente calcita, foram detectados por microscópio eletrônico de varredura conectado com análise de energia dispersiva de raios-X (SEM-EDX) de MTA em discos imersos em solução salina tamponada com fosfato, pois Gandolfi et al (2010)¹² observaram em seus estudos, que os cimentos a base de silicato tricálcico apresentam uma grande quantidade de picos de cálcio, visto que ele é precursor da bioatividade deste material. No presente estudo, podemos observar no Quadro 1 e nos gráficos (presentes no apêndice) a mesma constatação, alta quantidade de cálcio presente nos cimentos analisados.

Devido à sua capacidade de superar as desvantagens apresentadas pelas formulações do MTA, o BD tem um grande potencial para aprimorar as diferentes modalidades de tratamentos clínicos na Odontologia, em especial na Odontopediatria e na Endodontia, quando do tratamento pós lesões traumáticas dentárias³¹.

Entretanto, sendo novos materiais reparadores, os biocerâmicos endodônticos, deverão ser avaliados criteriosamente quanto às suas propriedades físico-químicas e biológicas e por testes clínicos de longa duração a fim de verificar se os componentes adicionados às atuais formulações, na tentativa de aprimorar algumas de suas características, podem ter prejudicado outras propriedades desejáveis ao produto¹⁵.

CONCLUSÃO

Conforme a metodologia empregada e as análises dos resultados, pode-se concluir que:

- No total, 16 elementos químicos foram encontrados nas amostras analisadas: O, Na, Al, Mg, Si, S, K, Ca, Fe, Sr, Bi, C, Rb, W, Au e Cl;
 - Os elementos O, Ca, Si foram detectados em todos os cimentos estudados;
 - O elemento Fe foi verificado nos cimentos MTA cinza e Repair HP;
 - O Bismuto foi encontrado nos cimentos MTA branco e cinza;
 - O elemento S foi encontrado apenas no MTA Cinza, enquanto o Rb e o W somente no MTA Repair HP;
 - O Al só não foi detectado no BD;
 - Apenas na nova formulação do MTA da Angelus, o HP Repair, foram encontrados os elementos Rb, W e C;
 - Somente na análise do BD foi encontrando Au e Cl, sendo que o ouro foi detectado devido ao processo de metalização.
 - O e C foram os elementos químicos que se apresentaram em maior quantidade nas amostras analisadas.
-

AGRADECIMENTOS

Este estudo foi apoiado pela Universidade Federal de Juiz de Fora e pelo FNDE, em forma de bolsa de estudante de graduação do Grupo PET-Odontologia-UFJF.

REFERÊNCIAS

1. TORABINEJAD, M.; WHITE, D. J. Tooth filling material and method of use. 1993.
2. Lee S, Monsef M, Torabinejad M. Sealing ability of a mineral trioxide aggregate for repair of lateral root perforations. *Journal of endodontics*. 1993; 19(11): 541-544.
3. Torabinejad M, Hong CU, McDonald F, Ford TP. Physical and chemical properties of a new root-end filling material. *Journal of endodontics*. 1995; 21(7): 349-353.
4. Camilleri J, Montesin FE, Di Silvio L, Pitt Ford TR. The chemical constitution and biocompatibility of accelerated Portland cement for endodontic use. *International endodontic journal*. 2005; 38(11): 834-842.
5. Estrela C, Bammann LL, Estrela CRDA, Silva RSD, Pecora JD. Antimicrobial and chemical study of MTA, Portland cement, calcium hydroxide paste, Sealapex and Dycal. *Braz Dent J*. 2000; 11(1): 3-9.
6. Parirokh M, Torabinejad M. Mineral trioxide aggregate, a comprehensive literature review—Part I: chemical, physical, and antibacterial properties. *Journal of Endodontics*. 2010(a); 36, 16–27.
7. 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); 36: 400–13.
8. Wucherpfennig AL, Green DB. Mineral trioxide vs. Mineral Trioxide vs. Portland cement: Two biocompatible filling materials. *Journal of Endodontics*. 1999; 4(25): 308.
9. Jacobovitz M, De Lima RKP. Treatment of inflammatory internal root resorption with mineral trioxide aggregate: a case report. *International endodontic journal*. 2008; 41(10): 905-912.
10. Shabahang S, Torabinejad M. Treatment of teeth with open apices using mineral trioxide aggregate. *Practical periodontics and aesthetic dentistry: PPAD*. 2000; 12(3): 315-20.
11. Camilleri J, Pitt Ford TR. Mineral trioxide aggregate: a review of the constituents and biological properties of the material. *International endodontic journal*. 2006 39(10): 747-754.
12. Gandolfi, M. G., Taddei, P., Tinti, A., De Stefano Dorigo, E., Rossi, P. L., & Prati, C. Kinetics of apatite formation on a calcium-silicate cement for root-end filling during ageing in physiological-like phosphate solutions. *Clinical oral investigations*. 2010; 14: 659-668.

13. Gandolfi MG, Taddei P, Siboni F, Modena E, De Stefano ED, Prati C. Biomimetic remineralization of human dentin using promising innovative calcium-silicate hybrid “smart” materials. *Dental Materials*. 2011; 27(11): 1055-1069.
14. Han L, Okiji T, Okawa S. (2010). Morphological and chemical analysis of different precipitates on mineral trioxide aggregate immersed in different fluids. *Dental materials journal*. 2010; 29(5): 512-517.
15. Estrela C, Cintra LTA, Duarte, MAH, Rossi-Fedele G, Gavini G, Sousa-Neto MD. Mechanism of action of Bioactive Endodontic Materials. *Brazilian Dental Journal*. 2023; 34: 1-11.
16. Jacobovitz M, Vianna ME, Pandolfelli VC, Oliveira IR, Rossetto HL, Gomes, BP. Root canal filling with cements based on mineral aggregates: an in vitro analysis of bacterial microleakage. *Oral Surgery, Oral Medicine, Oral Pathology, Oral Radiology, and Endodontology*. 2009; 108(1): 140-144.
17. Marciano MA, Duarte MAH, Camilleri J. Dental discoloration caused by bismuth oxide in MTA in the presence of sodium hypochlorite. *Clinical oral investigations*. 2015; 19: 2201-2209.
18. Prati C, Gandolfi MG. Calcium silicate bioactive cements: Biological perspectives and clinical applications. *Dental materials*. 2015; 31(4): 351-370.
19. Angelus Ciência e Tecnologia. Produtos: Endodontia- Cimento Reparador- MTA HP Repair. Disponível em: < <http://www.angelus.ind.br/>>. Acesso em: 23 maio. 2023.
20. Benetti F, Queiroz ÍODA, Cosme-Silva L, Conti LC, Oliveira SHPD, Cintra LTA. Cytotoxicity, biocompatibility and biomineralization of a new ready-for-use bioceramic repair material. *Brazilian dental journal*. 2019; 30: 325-332.
21. Delfino MM et al. Comparison of Bio-C Pulpo and MTA Repair HP with White MTA: effect on liver parameters and evaluation of biocompatibility and bioactivity in rats. *International Endodontic Journal*. 2021; 54(9): 1597-1613.
22. Guimarães BM, Prati C, Duarte MAH, Bramante CM, Gandolfi MG. Physicochemical properties of calcium silicate-based formulations MTA Repair HP and MTA Vitalcem. *Journal of Applied Oral Science*. 2018; 26: e2017115.
23. Lima SPRD, Santos GLD, Ferelle A, Ramos SDP, Pessan JP, Dezan-Garbelini CC. Clinical and radiographic evaluation of a new stain-free tricalcium silicate cement in pulpotomies. *Brazilian Oral Research*. 2020; 34.
24. Queiroz MB et al. Physicochemical, biological, and antibacterial evaluation of tricalcium silicate-based reparative cements with different radiopacifiers. *Dental Materials*. 2021; 37(2): 311-320.
25. Sarzeda GDR, BAHIA MS, DORIGUÊTTO PVT, DEVITO KL, LEITE APP. Análise da composição química dos cimentos MTA Angelus® branco, cinza e HP Repair® através de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) acoplada a

- Espectrômetro de Energia Dispersiva (EDS). *Revista de Odontologia da UNESP*.2019; 48.
26. Tomás-Catalá CJ et al. (2017). 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; 50: e63-e72.
 27. Tomás-Catalá CJ. 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; 50: e63-e72.
 28. De Rossi A. Comparison of pulpal responses to pulpotomy and pulp capping with biodentine and mineral trioxide aggregate in dogs. *Journal of endodontics*. 2014; 40(9): 1362-1369.
 29. Malkondu Ö, Kazandağ MK, Kazazoğlu E. A review on biodentine, a contemporary dentine replacement and repair material. *BioMed research international*. 2014; 2014.
 30. Setbon HM, Devaux J, Iserentant A, Leloup G, Leprince JG. (2014). Influence of composition on setting kinetics of new injectable and/or fast setting tricalcium silicate cements. *Dental materials*. 2014; 30(12): 1291-1303.
 31. Rajasekharan S, Martens LC, Cauwels RGEC, Anthonappa RP. (2018). Biodentine™ material characteristics and clinical applications: a 3 year literature review and update. *European Archives of Paediatric Dentistry*. 2018; 19: 1-22.
 32. Campi LB, Rodrigues EM, Torres FFE, Reis JMDSN, Guerreiro-Tanomaru JM, Tanomaru-Filho M. (2023). Physicochemical properties, cytotoxicity and bioactivity of a ready-to-use bioceramic repair material. *Brazilian Dental Journal*. 2023; 34: 29-38.
 33. Rajasekharan S, Martens LC, Cauwels RGEC, Verbeeck RMH. Biodentine™ material characteristics and clinical applications: a review of the literature. *European Archives of Paediatric Dentistry*. 2014; 15: 147-158.
 34. Marconyak Jr L. A comparison of coronal tooth discoloration elicited by various endodontic reparative materials. *Journal of endodontics*. 2016; 42(3): 470-473.
 35. Camilleri J, Sorrentino F, Damidot D. Investigation of the hydration and bioactivity of radiopacified tricalcium silicate cement, Biodentine and MTA Angelus. *Dental materials*. 2013; 29(5): 580-593.
 36. Demirci GK et al. Energy-dispersive X-ray spectrometry analysis and radiopacity of five different root canal sealers. *Brazilian Dental Journal*. 2021; 32: 1-11.

4 CONCLUSÃO

A introdução do ProRoot-MTA no final da década de 90 no mercado odontológico revolucionou uma demanda clínica dos endodontistas da época, os quais foram capazes a partir do advento desse cimento hidráulico, retroobturar e vedar perfurações comunicantes com maior eficácia e previsibilidade. Com o lançamento dos MTA's da Angelus cinza (2001), branco (2004), e posteriormente para suprimir as desvantagens dos supracitados a chegada do MTA Repair HP (2016), o arsenal de cimentos reparadores nacionais apresenta um número razoável de materiais disponíveis para as necessidades clínicas da Endodontia. No transcorrer dos anos, os estudos e casos clínicos realizados foram demonstrando que devido a sua bioatividade, biocompatibilidade e propriedades físico-químicas suas aplicações clínicas aumentaram significativamente, considerando que inicialmente o MTA foi desenvolvido para ser empregado unicamente em duas situações terapêuticas.

Em 2009, a Septodont (Saint-Mour-des-fosses, França) lançou o BD, o qual apenas começou a ser comercializado no Brasil em 2018. O mesmo foi criado com o intuito de substituir a dentina, visto que é biocompatível, apresenta uma excelente resistência à compressão e capacidade de vedamento completa dos túbulos dentinários. O BD é classificado como um material bioativo com capacidade de estimular a formação de dentina terciária. Atrelado à esta verificação, estudos mais recentes observaram que esse cimento hidráulico tem características superiores ao MTA, quando aplicados em procedimentos clínicos semelhantes, uma vez que o BD se destaca em suas propriedades físicas, biológicas e em características de manuseio. Assim sendo, estudos o indicaram como um forte substituto ao MTA, sendo que há pouquíssimo tempo os seus desenvolvedores perceberam que este material não era apenas um substituto ativo de dentina, e sim um biocerâmico com múltiplas aplicabilidades. Além disso, ele é um material muito mais puro quando comparado aos Agregados de Trióxido Mineral.

Ao longo do tempo as formulações desses cimentos foram se modificando, como o tamanho de partículas, substituição de radiopacificadores,

elementos que supostamente geravam o escurecimento coronário, adição de agentes dispersantes e plastificantes, por isso, é essencial que se conheça os elementos químicos presentes nestes materiais. Pois, são os elementos que conferem propriedades físico-químicas e biológicas necessárias às formulações estudadas, principalmente o cálcio (Ca), oxigênio (O), carbono (C) e silício (Si), que além de serem os elementos mais detectados nas análises, são essenciais para o mecanismo de ação dos cimentos hidráulicos e desta forma determinar sua bioatividade e a biocompatibilidade.

Nas análises realizadas, 16 elementos químicos foram encontrados: O, Na, Al, Mg, Si, S, K, Ca, Fe, Sr, Bi, C, Rb, W, Au e Cl. Sendo que o O, Ca, Si foram detectados em todos os cimentos estudados. Além disso, o Ca, o O e o C foram os elementos químicos que se apresentaram em maior quantidade nas amostras analisadas. O Fe foi verificado nos cimentos MTA cinza e Repair HP; O Bismuto foi encontrado nos cimentos MTA branco e cinza; O S foi encontrado apenas no MTA Cinza, enquanto o Rb e o W somente no MTA Repair HP; O Al só não foi detectado no BD e apenas na nova formulação do MTA da Angelus, o Repair HP, foram encontrados os elementos Rb, W e C. No BD foi encontrado Au e Cloro, sendo que o ouro foi detectado devido ao processo de metalização.

A análise dos elementos químicos destes materiais se faz cada vez mais importante, visto que eles sempre irão estar em contato direto com os tecidos vivos dos dentes e/ou periodonto. E por se tratar de cimentos que são bioativos é necessário que mais estudos *in vivo* sejam realizados, principalmente com o Biodentine, que ainda não foi extensamente estudando como o MTA. Portanto, deve-se aprofundar cada vez mais o conhecimento sobre biocerâmicos endodônticos para de indicá-los como maior precisão a fim de obter uma melhor resolatividade na sua aplicabilidade clínica odontológica, em especial o BD, o qual poderá ser utilizado em casos de revascularização pulpar, no capeamento direto/ indireto da polpa coronária e nas modalidades de tratamentos pós-traumáticos na Odontopediatria.

REFERÊNCIAS

- ANGELUS CIÊNCIA E TECNOLOGIA. **Produtos:** Endodontia- Cimento Reparador- MTA HP Repair. Disponível em: < <http://www.angelus.ind.br/>>. Acesso em: 23 Maio. 2023.
- 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 chemical constitution and biocompatibility of accelerated Portland cement for endodontic use. **International endodontic journal**, v. 38, n. 11, p. 834-842, 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.; SORRENTINO, F; DAMIDOT, D. Investigation of the hydration and bioactivity of radiopacified tricalcium silicate cement, Biodentine and MTA Angelus. **Dental materials**, v. 29, n. 5, p. 580-593, 2013.
- CAMPI, Livia Bueno et al. Physicochemical properties, cytotoxicity and bioactivity of a ready-to-use bioceramic repair material. **Brazilian Dental Journal**, v. 34, p. 29-38, 2023.
- DELFINO, M. M. et al. Comparison of Bio-C Pulpo and MTA Repair HP with White MTA: effect on liver parameters and evaluation of biocompatibility and bioactivity in rats. **International Endodontic Journal**, v. 54, n. 9, p. 1597-1613, 2021.
- DEMIRCI, G. K. et al. Energy-dispersive X-ray spectrometry analysis and radiopacity of five different root canal sealers. **Brazilian Dental Journal**, v. 32, p. 1-11, 2021.
- DE ROSSI, A. et al. Comparison of pulpal responses to pulpotomy and pulp capping with biodentine and mineral trioxide aggregate in dogs. **Journal of endodontics**, v. 40, n. 9, p. 1362-1369, 2014.
- ESTRELA, C. et al. Antimicrobial and chemical study of MTA, Portland cement, calcium hydroxide paste, Sealapex and Dycal. 2000.
- 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. Kinetics of apatite formation on a calcium-silicate cement for root-end filling during ageing in physiological-like phosphate solutions. **Clinical oral investigations**, v. 14, p. 659-668, 2010.
- GANDOLFI, M. G. et al. Biomimetic remineralization of human dentin using promising innovative calcium-silicate hybrid “smart” materials. **Dental Materials**, v. 27, n. 11, p. 1055-1069, 2011.

GUIMARÃES, B. 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.; OKAWA, S. Morphological and chemical analysis of different precipitates on mineral trioxide aggregate immersed in different fluids. **Dental materials journal**, v. 29, n. 5, p. 512-517, 2010.

JACOBOVITZ, M.; DE LIMA, R. K. P. Treatment of inflammatory internal root resorption with mineral trioxide aggregate: a case report. **International endodontic journal**, v. 41, n. 10, p. 905-912, 2008.

JACOBOVITZ, M. et al. Root canal filling with cements based on mineral aggregates: an in vitro analysis of bacterial microleakage. **Oral Surgery, Oral Medicine, Oral Pathology, Oral Radiology, and Endodontology**, v. 108, n. 1, p. 140-144, 2009.

LEE, S.; MONSEF, M.; TORABINEJAD, M. Sealing ability of a mineral trioxide aggregate for repair of lateral root perforations. **Journal of endodontics**, v. 19, n. 11, p. 541-544, 1993.

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.

MALKONDU, Ö. et al. A review on biodentine, a contemporary dentine replacement and repair material. **BioMed research international**, v. 2014, 2014.

MARCIANO, M. A.; DUARTE, M. A. H.; CAMILLERI, J. Dental discoloration caused by bismuth oxide in MTA in the presence of sodium hypochlorite. **Clinical oral investigations**, v. 19, p. 2201-2209, 2015.

MARCONYAK JR, L. J. et al. A comparison of coronal tooth discoloration elicited by various endodontic reparative materials. **Journal of endodontics**, v. 42, n. 3, p. 470-473, 2016.

PARIROKH, M.; TORABINEJAD, M. Mineral trioxide aggregate, a comprehensive literature review—Part I, chemical, physical, and antibacterial properties. **Journal of Endodontics**, v. 36, 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, p. 400–13, 2010b.

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

QUEIROZ, M. B. LIMA et al. Physicochemical, biological, and antibacterial evaluation of tricalcium silicate-based reparative cements with different radiopacifiers. **Dental Materials**, v. 37, n. 2, p. 311-320, 2021.

RAJASEKHARAN, S. et al. Biodentine™ material characteristics and clinical applications: a review of the literature. **European Archives of Paediatric Dentistry**, v. 15, p. 147-158, 2014.

RAJASEKHARAN, S. et al. Biodentine™ material characteristics and clinical applications: a 3 year literature review and update. **European Archives of Paediatric Dentistry**, v. 19, p. 1-22, 2018.

SARZEDA, G. D. R. et al. Análise da composição química dos cimentos MTA Angelus® branco, cinza e HP Repair® através de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) acoplada a Espectrômetro de Energia Dispersiva (EDS). **Revista de Odontologia da UNESP**, v. 48, 2019.

SHABAHANG, S.; TORABINEJAD, M. Treatment of teeth with open apices using mineral trioxide aggregate. **Practical periodontics and aesthetic dentistry: PPAD**, v. 12, n. 3, p. 315-20, 2000.

SELTBON, H. M. et al. Influence of composition on setting kinetics of new injectable and/or fast setting tricalcium silicate cements. **Dental materials**, v. 30, n. 12, p. 1291-1303, 2014.

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.

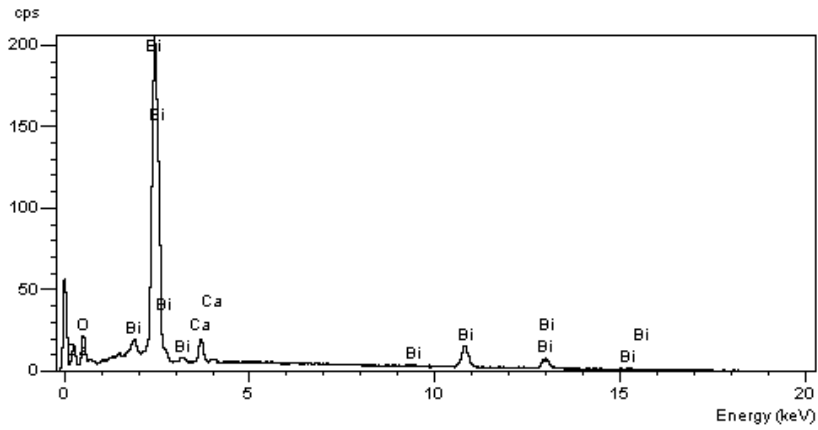
TOMÁS-CATALÁ, C. J. et al. Biocompatibility of new pulp-capping materials NeoMTA Plus, MTA Repair HP, and Biodentine on human dental pulp stem cells. **Journal of endodontics**, v. 44, n. 1, p. 126-132, 2018.

TORABINEJAD, M. et al. Physical and chemical properties of a new root-end filling material. **Journal of endodontics**, v. 21, n. 7, p. 349-353, 1995.

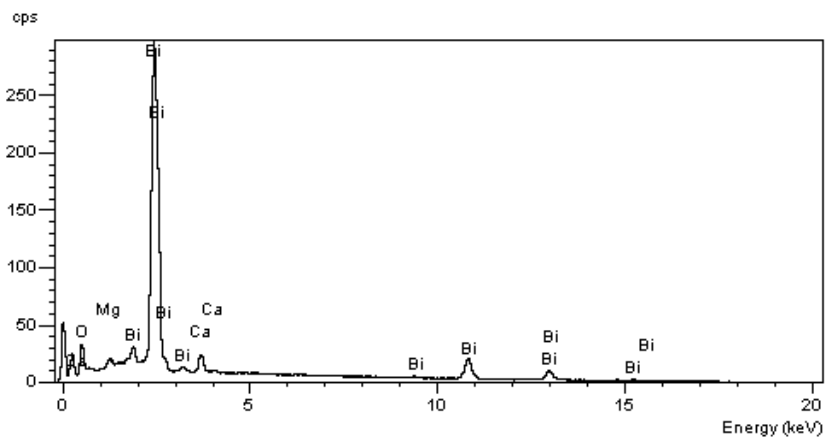
TORABINEJAD, M.; WHITE, D. J. Tooth filling material and method of use. 1993.

WUCHERPFENNING, A. L; GREEN, D. B. Mineral trioxide vs. Portland Cement: two compatible filling materials. **J Endod**, v. 25, n. 4, p. 308, 1999.

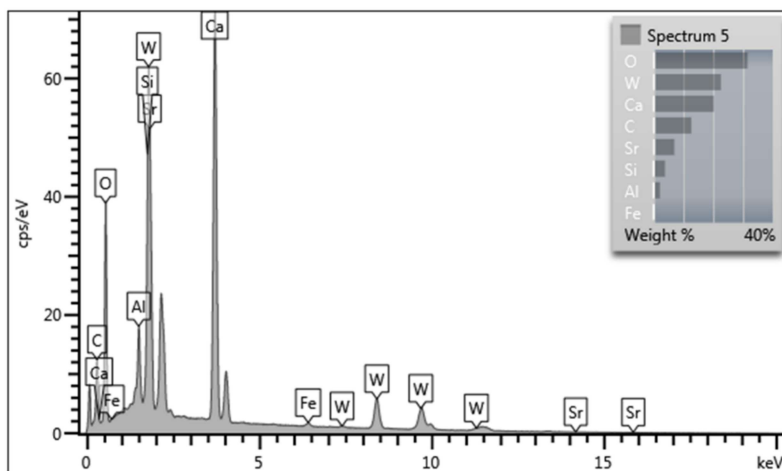
APÊNDICE - Espectros para um ponto de cada amostra



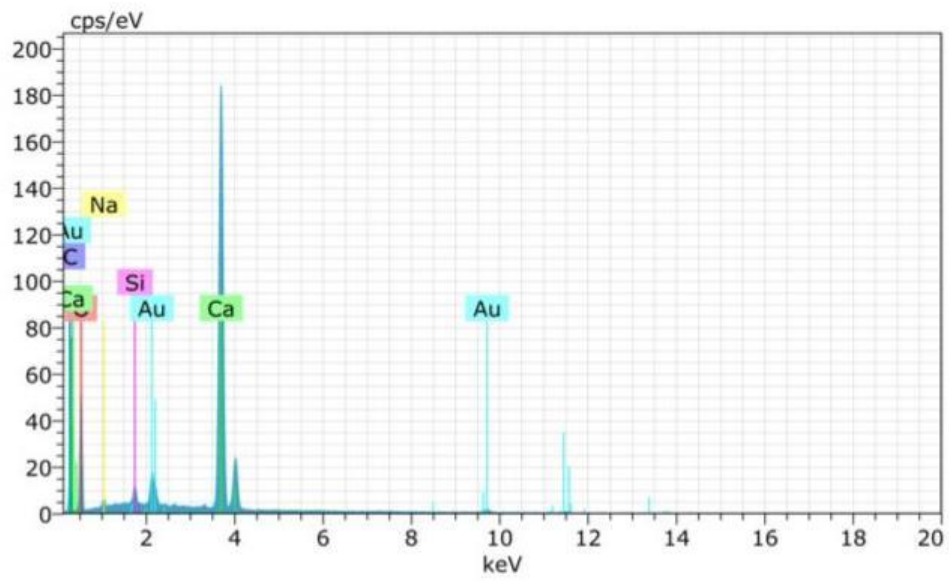
Espectro 1 – Ponto 1 da imagem 2 do MTA B (Unicamp)



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



Espectro 3 – Ponto 2 da imagem 1 do MTA HP Repair (INPE)



Espectro 4 – Ponto 3 da imagem 1 do BD (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 entrevistaram 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

Brinholo 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

Abood 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 imagiológico 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.