



FMUC FACULDADE DE MEDICINA
UNIVERSIDADE DE COIMBRA

Influência do ambiente local na adesão à dentina radicular de cimentos baseados em silicato de cálcio

Mestrado Integrado em Medicina Dentária

Diana Filipa Serra

Orientador: Prof. Doutor João Miguel Marques dos Santos

Co-orientador: Inv. Doutor Miguel José Patrício Dias

Coimbra, 2014

Serra, Diana Filipa¹

¹Aluna do 5º ano do Mestrado Integrado em Medicina Dentária na Faculdade de Medicina da Universidade de Coimbra

Área da Medicina Dentária da Faculdade de Medicina da Universidade de Coimbra

Av. Bissaya Barreto, Bloco de Celas

3000-075 Coimbra

Portugal

Tel.: +351 239 484 183

Fax.: +351 239 402 910

dfs.en4@gmail.com

Em primeira instância preciso agradecer ao meu orientador, Prof. Doutor João Miguel Santos, pela oportunidade que me concedeu ao participar num estudo com estas dimensões. Agradeço muito pela confiança em mim depositada e pela tranquilidade transmitida ao longo de todo o projeto, apesar de todas as adversidades que foram necessárias ultrapassar. Agradeço também ao meu co-orientador, Inv. Doutor Miguel Patrício, pela indispensável ajuda fornecida durante as últimas fases deste estudo.

Ao Dr. Olavo Viegas, um enorme obrigada pela ajuda em quase todas as etapas do estudo, por vezes nos piores dias e às piores horas. Também indispensáveis à realização desta investigação foram o Dr. Bruno Freitas e a Sra. Cláudia Brites, técnica do Laboratório de Ensaios Mecânicos da área de Medicina Dentária da Universidade de Coimbra, aos quais agradeço pela acessibilidade, amabilidade e profissionalismo, pois sem eles não era possível a concretização deste projeto.

Agradeço a prestimosa colaboração do Prof. Doutor José Domingos, pelos conhecimentos e ajuda na otimização dos protocolos com os equipamentos de testes mecânicos dos Laboratórios de Análise do departamento de Engenharia Mecânica da Faculdade de Ciências e Tecnologia da Universidade de Coimbra.

Preciso agradecer a todos os professores e assistentes que me ajudaram na recolha das amostras e obviamente à Dona Alda e à Dona Celeste, para as quais não tenho palavras para descrever o incansável apoio e a amizade demonstrados ao longo não só deste estudo, mas durante os meus 5 anos de faculdade. À Dra. Diana Sequeira e ao meu amigo Pedro Araújo um especial obrigada, apesar de por razões diferentes, ambos contribuíram para que o estudo progredisse.

Um muito obrigada aos meus pais pelo apoio ao longo destes anos e por me proporcionarem os melhores anos da minha vida. Agradeço aos meus amigos de curso, em especial à minha binómia Inês Pinto, pela paciência e compressão de algumas “falhas” cometidas ao longo deste projeto. Ao Filipe Marques devo agradecer por ele ser o melhor amigo do Mundo. Obrigada à Adriana Fernandes, à Ana Pagaime e à Vânia Sobral, pelas palavras certas nos momentos conturbados.

Por fim agradeço à Pipa, à Mara, à Mariani e à Rita pela atenção aos meus desabafos, mesmo quando não percebem metade do que querem dizer.

Introdução: O objetivo deste estudo foi a avaliação da força adesiva *push-out* de 3 cimentos baseados em silicato de cálcio: ProRoot® MTA, Biodentine™ e MicroMega MTA™, após exposição a diferentes ambientes. **Material e Métodos:** As coroas de 117 dentes humanos monorradiculares extraídos foram seccionadas e os canais radiculares instrumentados com brocas Gates Glidden até à nº5, à odontometria de trabalho de 15mm. Os dentes foram divididos em 3 grupos: O grupo A foi obturado com o ProRoot® MTA, o grupo B foi obturado com o Biodentine™ e o grupo C foi obturado com o MicroMega MTA™. Cada grupo foi posteriormente subdividido, de forma aleatória, em 3 subgrupos e acondicionados com gases embebidas e saturadas com 15 mL de PBS pH= 7.4 no caso das amostras do mesmo líquido e das contaminadas com sangue, ou de ácido butírico pH= 5. Os dentes foram incubados a 37°C e 100% de humidade relativa durante 10 dias e as raízes foram seccionadas para obter discos de cerca de 2 mm de espessura, selecionando-se 3 amostras por dente, representativas dos terços apical, médio e coronário. Foram obtidas um total de 351 amostras divididas em 9 subgrupos. Os testes de força adesiva *push-out* foram realizados na máquina de testes universal e os discos foram observados sob lupa com ampliação 8x para determinar a natureza da falha de adesão. Os dados resultantes foram analisados no programa estatístico IBM® SPSS® Statistics, versão 20. **Resultados:** Em termos da força de resistência ao deslocamento, os 3 materiais testados revelaram diferenças estatisticamente significativas entre si ($F= 155.972$, $p < 0.001$). O Biodentine™ apresentou os valores mais elevados (9.937 ± 5.249 MPa) e o MicroMega MTA™ os valores mais baixos (2.477 ± 1.548 MPa). Relativamente aos diferentes tratamentos de superfície realizados, existiram diferenças significativas entre eles ($F= 3.512$, $p= 0.031$), tendo-se verificado que o ProRoot® MTA é o cimento testado com maior suscetibilidade a ambientes ácidos, sendo também sensível à contaminação do ambiente local com sangue, com valores de resistência ao deslocamento de 6.957 ± 4.090 MPa e de 6.974 ± 3.094 MPa, respetivamente. Relativamente às diferentes secções radiculares, verificou-se que existiram diferenças estatisticamente significativas entre a resistência ao deslocamento dos terços apical e coronário, sendo superior e mais consistente para o último ($p= 0.022$). A inspeção das amostras revelou que a maior parte das falhas foram do tipo adesivo (82.1%). **Conclusão:** Dos materiais testados, o Biodentine™ é o cimento que apresenta maior força de adesão à dentina, independentemente o meio em que ocorre a sua reação de

presa. O ambiente ácido exerceu uma influência nefasta relevante sobre o ProRoot® MTA. O MicroMega MTA™ apresentou o pior desempenho entre os materiais testados. Todos os biomateriais testados foram significativamente afetados pela contaminação sanguínea.

PALAVRAS-CHAVE: *calcium silicate-based, acidic, blood contamination, pH, push-out bond strength, WMTA, Biodentine, MM-MTA*

Objectives: The purpose of this study was the assessment of the push out bond strength of 3 calcium silicate-based materials: ProRoot[®] MTA, Biodentine[™] and MicroMega MTA[™], after exposure to different environments. **Methods:** A total of 117 single-rooted human extracted teeth were decoronated and the instrumentation was done with Gates Glidden burs (from n^o1 to n^o5) with working length= 15mm. The teeth were divided in 3 groups: group A was filled with ProRoot[®] MTA, group B with Biodentine[™] and group C with MicroMega MTA[™]. Each group was randomly separated in 3 subgroups of equal dimension: The roots of the first subgroup were wrapped in pieces of gauze soaked in PBS pH= 7.4, the roots of the second subgroup were wrapped in pieces of gauze contaminated with blood previously to wrapping them in pieces of gauze soaked in PBS pH= 7.4, and those of the third group in butyric acid were wrapped in pieces of gauze soaked in pH= 5. The teeth were incubated at 37°C for 10 days and the roots were sectioned to obtain 2 mm thick sections. A total of 3 samples were selected from each tooth, representative of the apical, medium and coronal thirds, with 351 total samples divided by 9 subgroups. The push out bond strength test was done in a universal testing machine and the slices were then examined under a loupe with 8x magnification to determine the nature of the bond failure. The data were analyzed using the statistical program IBM[®] SPSS[®] Statistics Version 20. **Results:** The 3 evaluated materials revealed statistically differences between them ($F=155.972$, $p < 0.001$), so Biodentine[™] presented the highest mean bond strength values (9.937 ± 5.249 MPa) and MicroMega MTA[™] showed the lowest ones (2.477 ± 1.548 MPa). Concerning the different surface treatments used, there was statistically differences between them ($F = 3.512$, $p = 0.031$). ProRoot[®] MTA revealed the greater influence to acidic and blood contaminated environments, with bond strength values of 6.957 ± 4.090 MPa and 6.974 ± 3.094 , respectively. Regarding the different root sections, it was verified that there is statistically differences between the apical and coronal thirds ($p = 0.022$). Inspection of the samples revealed the bond failure was predominantly adhesive (82.1%). **Conclusion:** Within the evaluated materials, Biodentine[™] is the biomaterial that presented the highest bond strength to dentin, regardless where its setting reaction occurred. The acidic environment had a significant negative influence on ProRoot[®] MTA. MicroMega MTA[™] presented the worst performance of all the evaluated materials. The 3 tested materials were significantly affected by blood contamination.

Nesta tese comparam-se os desempenhos na adesão à dentina radicular de três materiais (ProRoot® MTA, Biodentine™ e MicroMega MTA™.), após a sua exposição a ambientes contaminados com sangue ou ambientes com características acídicas. Nesta secção contextualiza-se o problema, discutem-se as características dos diferentes materiais e a relevância do ambiente a que são expostos durante a reação de presa.

A manutenção da integridade da dentição natural é essencial para uma função completa e estética individualizada, sendo que a terapia endodôntica tem um papel fundamental no alcance deste propósito e o desenvolvimento de novos materiais abre oportunidades para uma melhoria do prognóstico dos tratamentos realizados neste âmbito (1, 2). A cirurgia endodôntica é um dos últimos esforços conservadores para resolver a inflamação perirradicular, habitualmente utilizado quando o tratamento ortógrado já não é uma opção previsível (3-6).

A cirurgia endodôntica consiste na exposição do ápex radicular envolvido, curetagem perirradicular, ressecção do ápice, seguida de preparação ultra-sónica apical e retro-obturaçãõ da cavidade. Idealmente, este procedimento deve remover os irritantes do sistema de canais radiculares e dos tecidos perirradiculares, selar as bactérias e os seus subprodutos inacessíveis, no interior do canal radicular e permitir a regeneração dos tecidos circundantes (4, 6). A degradação de produtos e eluição das substâncias dos cimentos endodônticos, permitem o seu acesso aos tecidos periodontais de diversas formas, afetando o processo de cicatrizaçãõ (7). Considera-se que a seleçãõ do material de retro-obturaçãõ é um dos principais fatores relevantes para o sucesso a longo prazo da cirurgia apical. Assim, o material de retro-obturaçãõ ideal deve ser biocompatível, dimensionalmente estável, aderir às paredes da cavidade de retro-preparação, ser insolúvel em fluídos tecidulares, ser fácil de manipular, ter um rápido tempo de presa, resistir a forças de deslocamento como o stresse mecânico causado pela função dentária e por procedimentos operatórios, ser eletroquimicamente inativo, ter adequadas propriedades de selamento, ser radiopaco por questões de controlo do procedimento e por razões médico-legais, ser não tóxico, não carcinogénico, não genotóxico, não corrosivo, não deve provocar coloraçãõ e não se deve influenciar pelos fluídos tecidulares presentes na área infetada (2-4, 8-15).

A biomineralizaçãõ é o processo pelo qual formas vivas influenciam a precipitaçãõ de minerais, que é um processo de evoluçãõ natural que gera acumulações

heterogêneas, compostas por produtos orgânicos e inorgânicos, que são criadas e mantidas durante a vida pelo metabolismo dinâmico. Existem proteínas que aceleram ou inibem a formação biomineral, tal como a osteopontina, que é uma glicoproteína altamente expressa nos tecidos mineralizados, como o osso e os dentes, apresentando nesses locais as funções de regulação da adesão celular óssea, da função osteoclástica e da mineralização da matriz. Assim, biominerais produzidos sinteticamente ou obtidos de fontes naturais, tais como o cálcio e o fosfato, têm funções importantes na prevenção da desmineralização e reforço da remineralização dos tecidos duros dentários. Conseqüentemente, o foco científico está nestes biomateriais, que promovem um ganho mineral subsuperficial ao invés de deposição apenas na camada superficial. Em particular, consideram-se biomateriais que remineralizam o esmalte, de que é exemplo a hidroxiapatite sintética, biomateriais que regeneram a dentina, como são os cimentos de silicato de cálcio e ainda os biomateriais que reparam o osso, como são os cimentos de fosfato de cálcio (16, 17). Muitos materiais têm sido mencionados para executar a retro-obturaç o canal, no entanto, atualmente s o os cimentos de silicato de c lcio hidratado (CSH) que mais frequentemente s o utilizados com este prop sito. Est  tamb m recomendada a aplica o dos  ltimos para apexifica o e revasculariza o pulpar de dentes imaturos, repara o de perfura es da furca e radiculares, prote es pulpares e ainda pulpotomias de dentes dec duos (3, 8, 9, 11, 18, 19).

O agregado de tri xidos minerais (MTA)   um cimento formulado   base de silicato de c lcio que foi rapidamente aceite na Medicina Dent ria, desde a sua introdu o em 1993 por Torabinejad na Universidade de Loma Linda. Este material foi patenteado e comercializado em 1995, tendo sido concedida aprova o para a sua aplica o na  rea da Endodontia em 1998 (20, 21). A formula o original foi comercializada sob a designa o Tooth Colored[®] MTA (DENTSPLY, Tulsa), tamb m conhecida por Grey MTA (GMTA), surgindo depois a necessidade de aperfei oar certas carater sticas deste biomaterial e em 2002 foi introduzido o White ProRoot[®] MTA (WMTA) – (MAILLEFER/DENTSPLY, Ballaigues), sendo que a sua principal carater stica   a quase elimina o do ferro da composi o original, excluindo da rea o de presa a presen a de aluminoferrite, respons vel pela colora o cinzenta no dente e da gengiva, extremamente inest tica, carater sticos da aplica o do GMTA. Tamb m foram diminu dos os conte dos de alum nio, magn sio e ars nico, presumivelmente devido a preocupa es t xicas. As carater sticas mec nicas e a biocompatibilidade do WMTA atribuem-se   homogeneidade das part culas e da morfologia de superf cie do material. O seu p , antes de ser hidratado,   constitu do por part culas de tamanho

inferior a 1 até aproximadamente 30 μm , sendo que o tamanho dos cristais influencia as propriedades físicas do cimento, ou seja, partículas mais pequenas têm uma área de superfície específica maior, aumentando a superfície de contacto com o líquido, com conseqüente aumento do volume de molhamento, da capacidade de ligação à água e da razão de hidratação. Assim, haverá uma força precoce mais elevada e um aumento da coesividade, esperando-se condições de manuseamento mais fáceis (8, 12, 14, 22-25).

Assim, o WMTA é constituído maioritariamente por óxido de cálcio (CaO) e óxido de sílica (SiO), estando também presentes 20% de óxido de bismuto para dar radiopacidade ao cimento. O fabricante aconselha a preparação do WMTA numa placa de vidro esterilizada durante 30 a 60 segundos, misturando o pó com água esterilizada ou destilada numa razão pré-doseada de líquido/pó de 0.35 mL/g, até adquirir uma consistência arenosa. O tempo de presa médio é cerca de 165 ± 5 minutos, sendo uma das maiores desvantagens apontadas a este material (8, 12, 14, 15, 20-22, 25).

Segundo o fabricante, a composição ideal do WMTA é alcançada com uma mistura de 80% de cimento de Portland e 20% de óxido de bismuto e outros óxidos metálicos. A reação de presa inicia-se quando o cimento contacta com a água e é primariamente controlada pelos aluminatos, que são os primeiros compostos a reagir com a água e a provocarem a presa inicial do cimento, fase crucial para o material adquirir força coesiva primária suficiente, seguindo-se os estádios de hidratação dos silicatos. A hidratação do pó do WMTA resulta num gel coloidal, com formação de cristais de hidroxiapatite e de uma camada híbrida entre a dentina e o material, que solidifica numa estrutura dura. A formação da camada interfacial e do processo de mineralização intratubular pode influenciar a força de adesão *push-out*, e a formação de precipitados de apatite carbonatada podem ser responsáveis pela capacidade dos cimentos estimularem a reparação e dentinogénese ou cimentogénese. O processo de hidratação é um fenómeno complexo que, quando modificado, pela razão pó/líquido, método de espatulação, pressão de condensação, humidade do ambiente, tipo de WMTA, tipo de armazenamento, pH do ambiente, tipo de veículo, espessura do material ou temperatura, pode influenciar as propriedades biológicas, químicas e físicas deste cimento (8, 12, 22, 23, 26, 27).

O WMTA apresenta baixa ou nenhuma solubilidade, em parte devido à presença do óxido de bismuto. No entanto, quanto maior for a razão líquido/pó, mais elevadas serão a porosidade e solubilidade do material. A porosidade do cimento misturado relaciona-se com a quantidade de líquido presente na mistura, com o aprisionamento

de bolhas de ar durante o procedimento de mistura, ou com o valor de pH ácido do ambiente. Já a sua força compressiva é significativamente mais baixa quando comparada à amálgama, IRM e SuperEBA após 24 horas de mistura. Porém, após 3 semanas, não existem diferenças estatisticamente significativas entre a força compressiva destes materiais. Este facto atribui-se à hidratação do silicato dicálcico ser mais lenta que a do silicato tricálcico, afetando tanto a força compressiva, como a força *push-out* do WMTA, que atingem valores máximos apenas vários dias após a mistura. O pH do WMTA após mistura é cerca de 10.2, ascendendo aos 12.5 após 3 horas, sendo este aumento atribuído ao facto de existir constante libertação de cálcio do WMTA e formação de hidróxido de cálcio. A radiopacidade média deste material é cerca de 7.17mm de uma espessura equivalente de alumínio (8).

Vários transportadores têm sido utilizados no manuseamento do WMTA, incluindo pedaços de Teflon e colocação com ativação ultra-sónica, sendo que avaliações radiográficas e microscópicas mostraram uma melhor adaptação quando utilizado o método manual, para toda a espessura de material. Grandes pressões de compactação resultam em menor número de espaços vazios e microcanais, apesar de não melhorarem necessariamente as propriedades físicas deste biomaterial (8).

Devido ao íntimo contacto que o WMTA tem com o periodonto, é crucial que este material não seja mutagénico, neurotóxico nem produza efeitos adversos na microcirculação, embora possa influenciar a contração dos vasos sanguíneos (28, 29). A resposta celular na presença do WMTA tem sido extensamente investigada em estudos de culturas celulares. Segundo a informação atual, há consenso de que este é um material bioativo, adequado para a criação de um ambiente ideal pró-inflamatório e pró-cicatrizador. A partir do momento em que é colocado em contacto direto com os tecidos humanos, há formação de hidróxido de cálcio, que liberta iões cálcio para as conexões celulares. Cria-se um ambiente antibacteriano com estimulação da diferenciação e migração das células produtoras de tecidos duros para formar hidroxiapatite (ou apatite carbonatada), nas fibrilhas de colagénio presentes na interface do WMTA com a dentina, desta forma providenciando um selamento biológico (28, 30).

Este material endodôntico é não reabsorvível, antibacteriano, osteogénico, radiopaco, biocompatível e indutor/condutor da formação de tecido duro, atribuindo-se estas últimas características à hidroxiapatite, que é o produto de interação do WMTA com os tecidos perirradiculares. É dotado de uma excelente propriedade de promoção da regeneração do cimento radicular, aumentando a proliferação dos fibroblastos do

ligamento periodontal e sua conseqüente regeneração (2, 18, 31). Foi inicialmente recomendada a sua aplicação para a reparação de perfurações de furca, sendo posteriormente bastante utilizado como material de retro-obturaçãõ, como agente de proteçãõ pulpar direta e ainda para realizaçãõ de procedimentos de apexogênese. Devido à sua capacidade de selamento, foi sugerida a sua utilizaçãõ como barreira apical no tratamento de dentes com ápices abertos e polpas necróticas, em procedimentos de apexificaçãõ e revascularizaçãõ pulpar (18, 22, 23, 32, 33). Apesar de todas as vantagens, este material apresenta inconvenientes, tais como o longo tempo de presa, as baixas forças de compressãõ e flexãõ, a não adesãõ ao esmalte e dentina, as difíceis características de manipulaçãõ devido à sua consistência granular e perda de coesividade uma vez que a mistura começa a desidratar, a ausência de um solvente conhecido, a dificuldade de remoçãõ após tratamento, a presença de elementos tóxicos na sua composiçãõ e o elevado custo, sendo recomendada a utilizaçãõ de 1 grama para um só tratamento, pois uma embalagem de WMTA não pode ser selada após aberta e as suas partículas reagem com a humidade atmosférica, com conseqüências negativas nas propriedades físico-químicas do material (2, 10, 16, 18, 22, 27, 31, 34).

A pesquisa por novos materiais nunca acaba, especialmente no campo da ciência dentária. Vários materiais são formulados, testados e padronizados, de forma a obter o máximo de benefícios, para um ideal desempenho clínico. Assim, têm sido feitos esforços para ultrapassar as deficiências do WMTA e novos cimentos restauradores bioativos têm sido testados. A capacidade do material tomar presa numa única consulta, com uma manipulaçãõ menos dependente do operador e com possibilidade de irrigaçãõ sem que exista deslocamento do material, são propriedades desejáveis nas alterações da formulaçãõ original, com intuito de aperfeiçoar o material introduzido por Torabinejad (8, 35).

Assim, foi recentemente colocado no mercado um novo cimento baseado em silicato tricálcico, denominado Biodentine™ (BD) - (SEPTODONT Saint-Maur-des-Fossés Cedex, France), cuja composiçãõ se baseia na modificaçãõ da constituiçãõ do WMTA, com o intuito de colmatar as falhas por este apresentadas. Foi projetado pelos fabricantes para ser um substituto dentinário, visto que estimula a formaçãõ de dentina terciária. É um composto inorgânico, não metálico, apresentado numa forma de 700 mg de pó hidrofílico armazenado numa cápsula e um recipiente conta-gotas com 0.20 mL de líquido (2, 10, 16, 36). A fase de pó é constituída maioritariamente por silicato tricálcico ($3CaOSiO_2$), que regulariza a reaçãõ de presa, por carbonato de cálcio ($CaCO_3$), que atua de forma a preencher o material e por dióxido de zircônio (ZrO_2),

que é inerte e vai providenciar radiopacidade ao cimento. A fase de líquido compõe-se de cloreto de cálcio (CaCl_2), que atua como acelerador, através do aumento do grau de hidratação, de água e de um polímero hidrossolúvel, que é um agente redutor da água. Esta composição permite diminuir a viscosidade do cimento, de forma a manter uma boa fluidez com uma razão água/sólido baixa (10, 13, 15, 20, 34, 36-38).

Este material deve ser preparado adicionando cinco gotas de líquido ao pó, fechando a cápsula de seguida e colocando-a numa máquina de mistura com velocidade de 4000 a 4200 oscilações por minuto durante 30 segundos. Pode depois ser utilizado o transportador de amálgama, uma espátula ou o *root canal Messing gun*, para levar o material para o local necessário (10). Em consequência da mistura das duas fases do BD, ocorre uma série de eventos que começa pela mistura do silicato tricálcico com a água, levando à formação de uma estrutura de gel de CSH e hidróxido de cálcio. As camadas de gel levam à dissolução dos grãos de silicato tricálcico, causando a precipitação de uma estrutura geliforme de silicato de cálcio. Esta desenvolve-se e cresce na superfície do silicato tricálcico e gradualmente preenche os espaços entre os grãos deste componente. Prossegue-se a cristalização do gel de CSH, através da hidratação contínua, que resulta na formação de cristais de carbonato de cálcio entre os grãos não reativos. Estes cristais vão lentamente preencher os grãos não reativos do cimento, durante aproximadamente duas semanas, até atingirem o máximo. Este processo de cristalização torna a estrutura relativamente impermeável à água e atrasa o efeito de outras reações. A reação de hidratação completa resume-se pela fórmula: $2(3\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2) + 6\text{H}_2\text{O} \rightarrow 3\text{CaO} \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O} + 3\text{Ca}(\text{OH})_2$ (36).

O BD tem um tempo de trabalho de cerca de 6 minutos e a reação de presa inicial demora aproximadamente 12 minutos. Contudo, são necessárias 2 semanas até que o material tome finalmente presa. A estrutura final após o material tomar presa é composta por uma matriz de gel de CSH, com cristais de carbonato de cálcio interpostos em grãos não reativos de cimento (36).

Este material acarreta diversas vantagens relativamente à composição original dos cimentos de silicato de cálcio, tais como a adesão químico-mecânica ao dente e ao compósito, elevadas forças de compressão e flexão, melhor consistência para uso clínico e características de manipulação mais favoráveis aos clínicos (2). Apresenta ainda propriedades antibacterianas devido ao seu elevado pH alcalino, sendo que tem um efeito inibitório nos microorganismos e de desinfeção dos tecidos ao seu redor. O tempo de reação de presa inicial é também um aperfeiçoamento significativo, eliminando a necessidade de se realizar uma obturação em dois passos e diminuindo

o risco de contaminação bacteriana, sendo que se atribui esta vantagem ao maior tamanho de superfície das partículas, à adição de cloreto de cálcio e à diminuição do conteúdo líquido. Também vantajoso é o facto de o BD induzir a síntese, por células humanas tipo-odontoblastos, de uma matriz semelhante à dentina na forma de nódulos de mineralização que têm as características moleculares deste tecido conjuntivo avascular mineralizado. Este biomaterial exibe um forte aumento da força compressiva na primeira hora, alcançando os 100 MPa, sendo que após tomar presa pode chegar aos 300 MPa, valor extremamente semelhante ao apresentado pela dentina. O módulo elástico deste material é cerca de 22.0 Gpa e a sua microdureza de 60 HVN, ambos os valores extremamente próximos dos apresentados pela dentina natural (2, 10, 36).

O Micro Mega MTA™ (MM-MTA) - (MICRO-MEGA® Besançon Cedex, France) é um cimento baseado em silicato de cálcio que foi muito recentemente introduzido no mercado, mais uma vez na tentativa de aperfeiçoar a composição do WMTA. Este trata-se de um cimento endodôntico reparador modificado do cimento de Portland, constituído por silicato tricálcico, silicato dicálcico, aluminato tricálcico, óxido de bismuto, sulfato de cálcio desidratado e óxido de magnésio. De acordo com o fabricante, este caracteriza-se por ter excelentes características físico-químicas e ser distribuído numa embalagem inovadora. Este material incorpora um tempo de presa mais rápido que a formulação de cimentos de silicato de cálcio original (cerca de 20 minutos) devido à inclusão de carbonato de cálcio. O MM-MTA caracteriza-se por possuir uma consistência pastosa, que permite um melhor manuseamento e aplicação no local cirúrgico, quando comparado com outros cimentos de CSH. O fabricante refere como características deste cimento endodôntico a biocompatibilidade, radiopacidade, boa capacidade de adesão à dentina, ausência de pigmentos ou agentes de coloração e insolubilidade em fluídos tecidulares, atribuindo a última à formação de uma camada protetora à prova de água e resistente à infiltração bacteriana. É distribuído em cápsulas que contêm a quantidade exata de 0.3 gramas de pó e líquido, o que permite evitar desperdícios. Estas componentes misturam-se durante 30 segundos num misturador vibratório a cerca de 4300 oscilações por minuto de forma a conseguir uma consistência ideal, resultando numa mistura homogénea, com razão pó/líquido ótima (30, 39, 40).

Nesta dissertação são focados os cimentos de silicato de cálcio: ProRoot® MTA, Biodentine™ e MicroMega MTA™. Pretende-se comparar o seu desempenho, sendo importante notar que as características destes materiais dependem de forma crítica não apenas das suas qualidades intrínsecas mas também de outros fatores, tais como as

condições de armazenamento, a razão pó/líquido, as condições clínicas, a pressão de compactação, a técnica de mistura e a técnica de colocação (9, 11, 12, 41).

Entre as diversas condições clínicas que podem afetar os materiais avaliados neste estudo, salienta-se a presença de ambientes locais acídicos no momento de aplicação destes cimentos, característicos da presença de uma infecção perirradicular. O conceito de pH foi pela primeira vez introduzido por Sörenson em 1909, que o definiu como sendo a concentração do íão hidrogénio numa solução. Teoricamente define-se com a seguinte relação logarítmica: $\text{pH} = -\log [\text{H}^+]$. De acordo com esta fórmula, uma pequena variação do valor de pH traduz-se numa alteração enorme da concentração de hidrogénio, concretamente, a uma diminuição de uma unidade de pH corresponde um aumento 10 vezes maior da concentração do íão hidrogénio. Os organismos vivos toleram apenas pequenas alterações do pH, e no corpo humano o valor normal varia entre os diferentes órgãos, sendo este processo controlado pelo sistema tampão do bicarbonato e do ácido carbónico e os outros sistemas reguladores de pH que atuam no tecido conjuntivo, tal como o tecido periodontal. Num humano, um valor de pH inferior a 6.8 ou superior a 7.4 pode ser fatal. Durante uma inflamação aguda, a dilatação arterial resulta num aumento de fluxo sanguíneo ao local lesado, levando a um aumento da permeabilidade vascular e da coleção de fluido extracelular rico em proteínas. Este infiltrado contém leucócitos, predominantemente neutrófilos, que migram juntamente com os agentes fagocíticos até ao local da infecção. Inicia-se a hidrólise ácida e a degradação dos microorganismos mortos devido aos valores de pH atingidos pelos neutrófilos e monócitos, cerca de 3.5 a 4.5. Simultaneamente, os leucócitos polimorfonucleares lesados ou mortos libertam o seu conteúdo ácido no ambiente extracelular (23, 42).

Na Medicina Dentária, o pH dos tecidos acarreta várias implicações, tais como a diminuição da eficácia dos anestésicos locais quando em contacto com ambientes acídicos e a alteração negativa das propriedades físico-químicas dos materiais dentários quando presentes valores de pH não ideais à toma de presa dos mesmos (42). Efeitos nefastos na microdureza, porosidade, resistência à tração diametral, dureza de superfície, capacidade de selamento e resistência adesiva *push-out* da dentina foram demonstrados, após colocação do MTA num ambiente com pH baixo (9, 11, 12, 41).

Devido à natureza da cirurgia apical, os materiais usados podem ser colocados em contacto com tecidos inflamados. Alterações do pH dos tecidos do hospedeiro ocorrem como resultado de acidose metabólica local, induzida por bactérias ou inflamação

tecidual, com capacidade para afetar as propriedades químicas e físicas dos materiais. Num ambiente ácido há efeitos adversos, demonstrados na exploração de estudos de microscopia eletrônica, pelo desenvolvimento de uma superfície porosa e pela ausência do crescimento de cristais tipo agulha entre os cristais cúbicos durante a fase de hidratação, inibindo as reações de presa e afetando a adesão ou aumentando a solubilidade dos materiais. Já num ambiente alcalino há efeitos aceleradores no processo de hidratação do cimento de Portland, levando a um aumento da força de adesão *push-out* inicial e a uma diminuição na força final, prejudicando a estrutura do material (4, 9, 11, 22, 38). Saghiri *et al* (11) demonstraram uma diminuição dos valores de resistência ao deslocamento do WMTA quando exposto a ambientes alcalinos com pH superior a 8.4.

A força de adesão dos materiais dentários à dentina é um fator crucial para atingir um selamento adequado entre o canal radicular e a superfície radicular externa, sendo que estes materiais devem ser capazes de resistir ao deslocamento causado por forças funcionais, como são as forças oclusais e as forças resultantes da colocação de materiais de restauração, e devem reter a sua adesão à dentina. Vários métodos têm sido utilizados para avaliar a adesão dos materiais dentários à dentina, incluindo testes da força *push-out*, da força de resistência à tração e da força de resistência à deformação. Relativamente à força de adesão entre o WMTA e a dentina, esta foi já avaliada em diferentes estudos, incluindo os fatores que presumivelmente afetam a força de adesão, como são as técnicas de mistura, o efeito de ambientes ácidos e alcalinos, o efeito da colocação do WMTA em solução salina tamponada com fosfato e o efeito da contaminação com sangue (8, 31, 43). A avaliação da capacidade dos materiais baseados em silicato de cálcio tomarem presa na presença de diferentes soluções é uma questão pertinente. Até à data, pouca investigação tem sido feita relativamente à força *push-out* dos novos cimentos de CSH. Assim, este estudo pretende avaliar a força adesiva *push-out* da dentina com os cimentos Biodentine™ e MicroMega-MTA™, e compará-los com o ProRoot® MTA, após exposição a diferentes ambientes durante a reação de presa.

Um conjunto de 117 dentes humanos, permanentes e monorradiculares, extraídos por motivos periodontais, foram armazenados numa solução de cloramina T 0,5%. Foi utilizado um aparelho ultra-sónico para limpar as superfícies radiculares, tendo as coroas dos dentes sido removidas usando uma broca diamantada montada em turbina, refrigerada por água. O comprimento das raízes obtidas foi uniformizado para 16 ± 0.5 mm. Foi posteriormente estabelecido o comprimento de trabalho de 15 mm e feita instrumentação manual até à lima K 30, irrigando com hipoclorito de sódio (NaOCl) a 2.5% com seringa descartável e agulha com saída lateral, entre cada uma das limas.

O *foramen apical* dos canais radiculares foi permeabilizado com uma lima K 20 e seguiu-se a preparação dos mesmos com as brocas *Gates Glidden* nº1 até à nº5, cujo diâmetro corresponde a 1.30 mm, inseridas até ao comprimento de trabalho (15 mm). Entre o uso de cada uma das brocas, os canais foram irrigados com NaOCl a 2.5 % com uma seringa descartável e agulha com saída lateral e permeabilizados com uma lima K 20. Os 117 dentes foram divididos em 3 grupos, diferenciados pelo cimento de silicato de cálcio usado na obturação canalár:

Grupo A – 39 dentes foram obturados com o ProRoot® MTA (REF A 0405 000 002 00 LOT 12002493), que foi preparado numa placa de vidro esterilizada durante 30 a 60 segundos, misturando 1 grama de pó com 0.35 mL de água esterilizada, até adquirir uma consistência arenosa, conforme as instruções do fabricante. O cimento foi levado aos canais radiculares com o transportador MAP™ System A0662-0 (DENTSPLY, Tulsa) e foram utilizados compactadores verticais inicialmente com ordem descendente e depois com ordem ascendente, para compactar o material no interior dos canais radiculares.

Grupo B – 39 dentes foram obturados com o Biodentine™ (REF 01 98 268 11 00 LOT B10305 + LOT B10006), que foi preparado adicionando cinco gotas de líquido ao pó, tapando a cápsula de seguida, sem a fechar e colocação num misturador vibratório, entre 4000 a 4200 oscilações por minuto durante 30 segundos, conforme as mais recentes indicações do fabricante. O cimento foi levado aos canais radiculares com o transportador MAP™ System A0662-0 (DENTSPLY, Tulsa) e foram utilizados compactadores verticais inicialmente com ordem descendente e depois com ordem ascendente, para compactar o material no interior dos canais radiculares.

Grupo C – 39 dentes foram obturados com o MicroMega-MTA™ (REF 20604002 LOT 7310996 + LOT 7401202), que foi preparado através da ativação da cápsula com 0.3 gramas de pó e líquido e sua colocação num misturador vibratório, a cerca de 4300 oscilações por minuto, durante 30 segundos como indicava o fabricante. O cimento foi levado aos canais radiculares com o transportador MAP™ System A0662-0 (DENTSPLY, Tulsa) e foram utilizados compactadores verticais inicialmente com ordem descendente e depois com ordem ascendente, para compactar o material no interior dos canais radiculares.

Cada grupo foi subdividido aleatoriamente em 3 subgrupos, equidistribuídos, expostos a diferentes condições ambientais: exposição a PBS (solução salina tamponada com fosfato) pH= 7.4, exposição a contaminação com sangue, ou exposição a solução aquosa de ácido butírico pH= 5. Os protocolos utilizados estão descritos na Tabela I.

Tabela I - Protocolos de preparação das superfícies dentárias para os 3 diferentes meios avaliados: PBS, contaminação com sangue e ambiente ácido. Cada dente foi obturado com um dos 3 materiais testados e a sua superfície foi tratada com um dos 3 diferentes métodos, de forma a haver equidistribuição dos dentes por tipo de material e método de tratamento.

Ambiente	PBS pH= 7.4	Sangue	Ácido Butírico pH= 5
	Irrigação final: 3 mL NaOCl 2.5%		Irrigação final: 3 mL NaOCl 2.5% + 3 mL Ác. Butírico
	Secagem dos canais radiculares com cones de papel ISO 90		
	Obturação dos canais radiculares	Contaminação dos canais radiculares com sangue + Obturação dos canais radiculares	Obturação dos canais radiculares
	Dentes envoltos em compressas com 15 mL PBS		Dentes envoltos em compressas com 15 mL Ác. Butírico
	Estufa 37 °C, 100% humidade		
	1 hora após obturação + 3 mL PBS		1 hora após obturação + 3 mL Ác. Butírico
	24 horas após obturação + 1 mL PBS		24 horas + 1 mL Ác. Butírico
	Troca de compressas e respetivas soluções às 48 horas; 5 dias; 8 dias.		

Posteriormente, os 3 mm coronários de cada raiz dentária foram submersos em resina de metacrilato *Orthocryl*[®] EQ (DENTAURUM, Ispringen) criando uma moldura de resina à volta de cada amostra com o intuito de fixar cada espécime para ser seccionado transversalmente. Para seccionar, recorreu-se a uma serra de precisão diamantada M1D10, refrigerada com água, num método de corte definido com uma intensidade média da força, a 1000 rpm e com uma velocidade de 0.5 mm por segundo, na unidade de corte *Struers Accutom-5* (ver Figura 1 à esquerda). Foram produzidos discos com $2,003 \pm 0,157$ mm de espessura, medidos num micrómetro digital *Mitutoyo 2093* e foram seleccionadas 3 amostras por dente, representativas dos terços apical, médio e coronário, obtendo-se assim um total de 351 amostras.

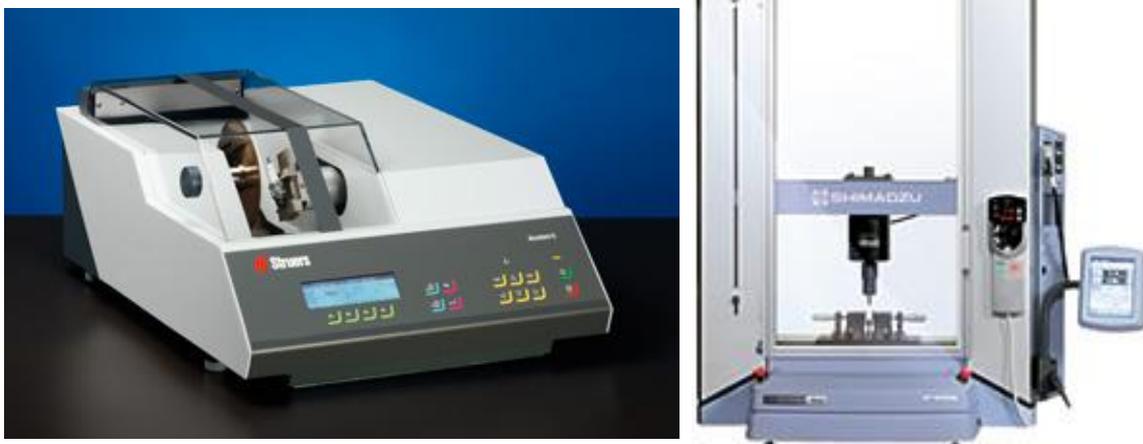


Figura 1 – Esquerda: Unidade de corte *Struers Accutom-5* com serra de precisão diamantada M1D10. **Direita:** Máquina de testes universal *SHIMADZU AUTOGRAPH AG-X 1kN*, com o pino individual de *push out* $\phi = 1$ mm.

Como referido anteriormente, considerou-se uma divisão da amostra inicial de 117 dentes por 3 grupos (de acordo com o tipo de material usado), cada qual constituído por 3 subgrupos (de acordo com o tipo de ambiente de exposição). Cada um dos 9 subgrupos consistiu assim de um total de 39 amostras.

Estas foram testadas na máquina de testes universal *SHIMADZU AUTOGRAPH AG-X 1kN* (ver Figura 1 à direita), com o pino individual de *push out* $\phi = 1$ mm centrado nos discos, a uma velocidade de 0.5 mm por minuto. As amostras foram colocadas sobre um cilindro de resina de metacrilato, com um buraco central, para permitir o livre movimento do pino individual de *push out*. O valor máximo de carga aplicada ao material de obturação durante o deslocamento foi registado em newtons e para calcular a força de adesão em Megapascal (MPa), dividiu-se a força registada para que ocorresse deslocamento do material, pela área de adesão (A) dos cilindros ($A=2\pi r e$, em que r é o raio do cilindro e e , a sua espessura, em mm). Posteriormente as amostras foram examinadas sob uma Lupa Nikon SMZ1500 com ampliação 8x e

fotografadas com uma máquina digital Nikon DXM-1200C. Foi então feita a classificação das amostras segundo uma das três formas de falha: falha adesiva, que ocorreu entre o material e a interface da dentina; falha coesiva, que aconteceu no núcleo do material; e falha mista. Os dados registrados, resistência ao deslocamento e tipo de falha, foram analisados no programa estatístico *IBM® SPSS® Statistics* (versão 20). O primeiro passo consistiu na realização de testes de Kolmogorov-Smirnov para verificar se as variáveis são normalmente distribuídas. Posteriormente recorreu-se a um teste ANOVA de dois fatores, não paramétrico, para verificar se existem diferenças estatisticamente significativas dos valores de resistência ao deslocamento entre diferentes combinações de materiais testados e tratamentos de superfície utilizados. Realizaram-se testes post-hoc (Mann Whitney) quando adequado, corrigidos para comparações múltiplas (teste de Tukey). Para verificar a significância estatística das diferenças dos valores da força de resistência ao deslocamento, entre as diferentes secções radiculares, utilizaram-se os testes de Kruskal-Wallis, sendo as posteriores comparações entre pares de grupos realizadas com testes de Mann-Whitney, novamente corrigidos para comparações múltiplas (teste de Dunn). Finalmente, para averiguar a existência de relações entre o tipo de material utilizado e o tipo de falha presente e entre o tratamento de superfície utilizado e o tipo de falha, recorreu-se a testes de Qui-quadrado. O nível de significância considerado neste estudo foi 0.05.

RESULTADOS

Nesta secção analisam-se os dados obtidos com os métodos descritos na secção anterior. Como referido, foi medida a força de adesão entre os cimentos de silicato de cálcio e a dentina radicular, para um total de 351 amostras, subdivididas em grupos de 39 elementos cada, sendo cada subgrupo caracterizado pela utilização de um material de obturação diferente e pela superfície radicular ter experienciado um tratamento distinto (ver Figura 2).

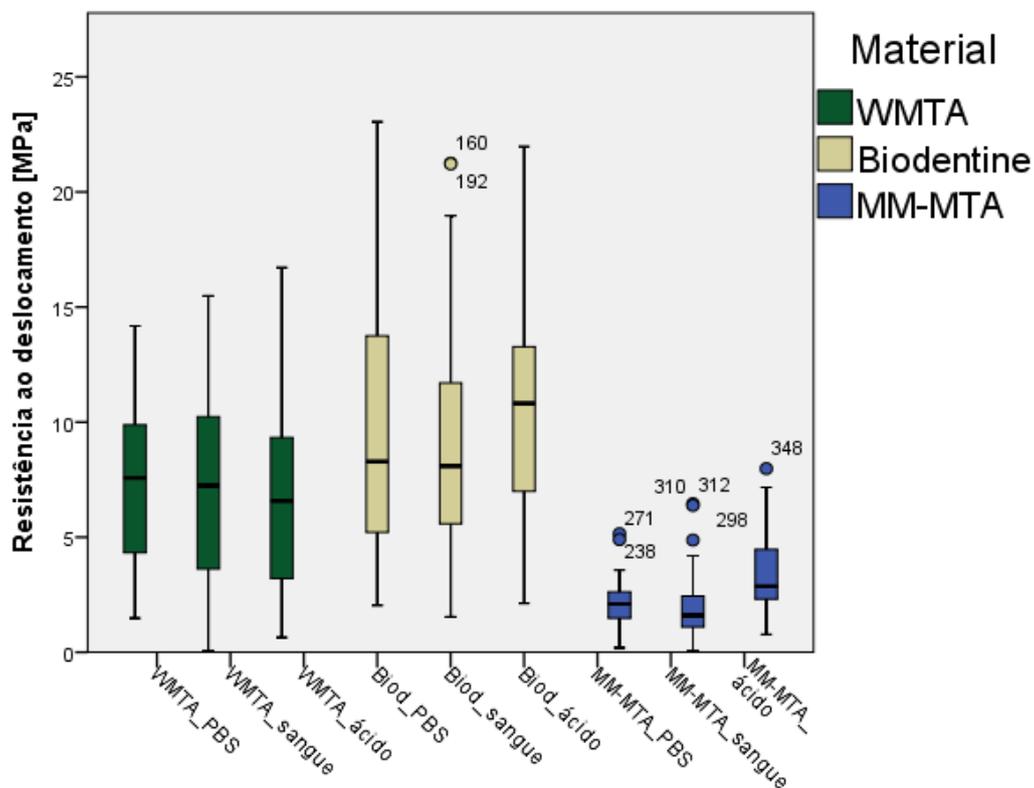


Figura 2- Gráfico de extremos e quartis com a distribuição dos valores de força de adesão *push-out* para os 9 subgrupos testados. Da esquerda para a direita, encontram-se representados os valores da resistência ao deslocamento dos materiais obturados com WMTA (verde escuro), BD (cinza) e MM-MTA (azul). Para cada um destes materiais, estão representados separadamente os valores obtidos quando os mesmos foram tratados com diferentes tratamentos de superfície (novamente da esquerda para a direita, para cada material: PBS, sangue e ácido).

Verificou-se que o grupo BD apresentou os valores médios de força de adesão *push-out* significativamente mais elevados (9.937 ± 5.249 MPa), o grupo WMTA apresentou valores médios de força de adesão intermédios (7.082 ± 3.739 MPa) e o grupo MM-MTA os valores médios mais baixos (2.477 ± 1.548 MPa). A análise estatística dos valores da força de adesão através do teste ANOVA não paramétrica revelou que existem diferenças estatisticamente significativas entre os 3 materiais testados ($F=155.972$, $p < 0.001$), sendo que ao aplicar os testes post-hoc – Mann Whitney, com correção para comparações múltiplas (Tukey) - se verifica existirem diferenças estatisticamente significativas entre os materiais entre si, quando considerados dois a dois (em todos os casos, $p < 0.001$) (ver Tabela II e Figura 3).

Tabela II – Resultados da força de resistência ao deslocamento dos 3 cimentos de silicato de cálcio avaliados.

Resistência ao deslocamento [MPa]	Material		
	WMTA	BD	MM-MTA
Média	7.083	9.937	2.477
Mediana	7.247	9.617	2.199
Desvio Padrão	3.739	5.249	1.548

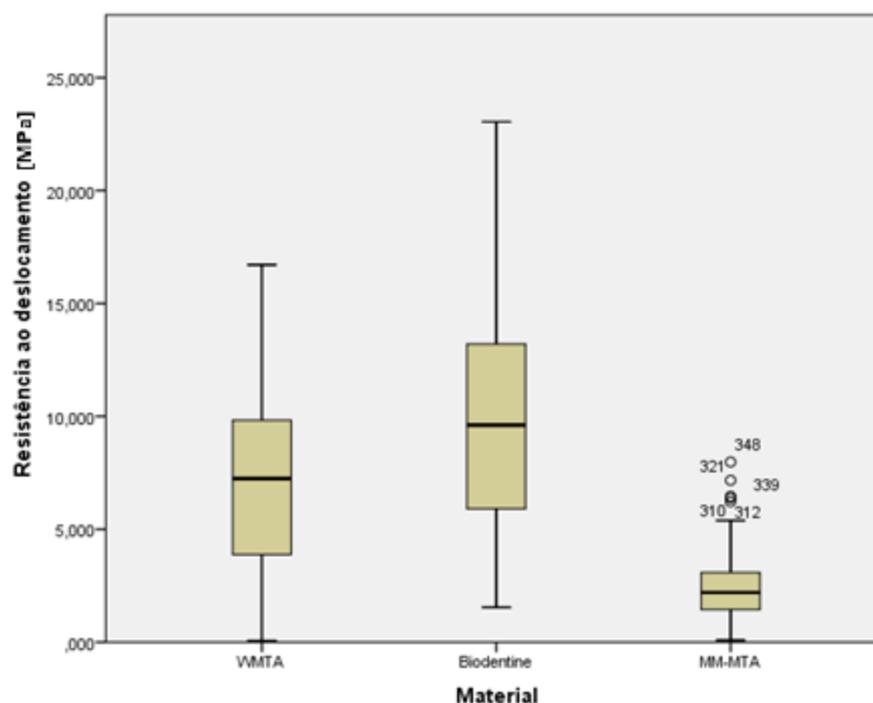


Figura 3 – Gráfico de extremos e quartis com a distribuição dos valores de força de adesão *push-out* para os 3 materiais testados.

A análise estatística dos valores da força de adesão *push-out* através do teste ANOVA não paramétrica revelou ainda existirem diferenças significativas entre os diferentes tratamentos de superfície ($F= 3.512$, $p= 0.031$). Ao utilizar os testes Post-hoc – Mann Whitney, com correção para comparações múltiplas (Tukey) verificou-se que os valores da força de resistência ao deslocamento entre os grupos contaminados com ácido butírico e os contaminados com sangue apresentam diferenças estatisticamente significativas ($p= 0.024$). Não existem diferenças estatisticamente significativas entre as forças de resistência ao deslocamento entre as amostras embebidas em PBS e as expostas a contaminação com sangue ($p= 0.531$) e entre as amostras embebidas em PBS e contaminadas com ácido ($p= 0.263$) (ver Figura 4).

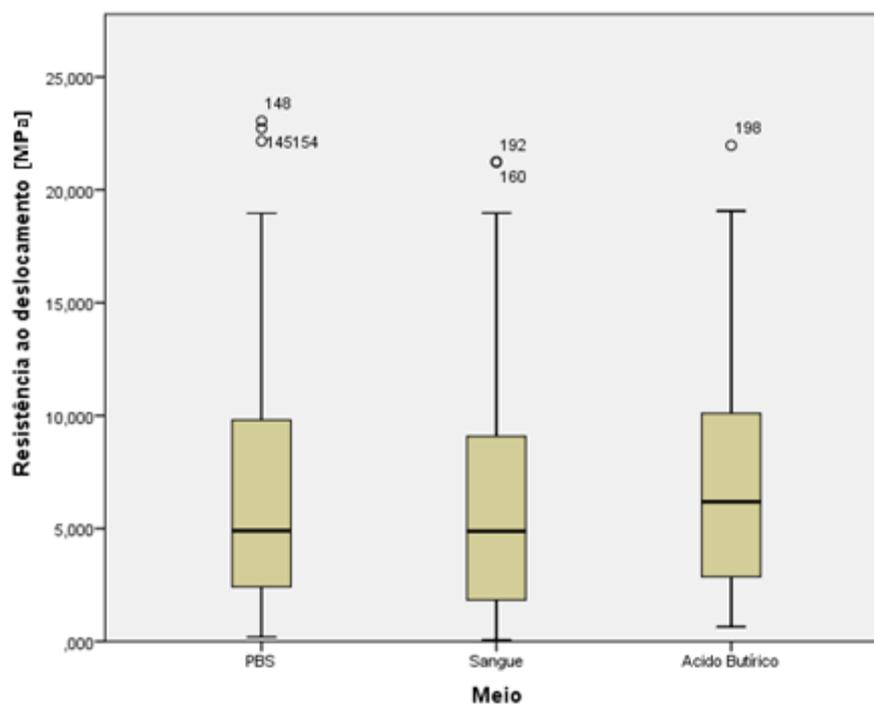


Figura 4 - Gráfico de extremos e quartis com a distribuição dos valores de força de adesão *push-out* para os 3 tratamentos de superfície utilizados.

Após 10 dias de imersão em PBS, o WMTA apresentou valores de resistência ao deslocamento de 7.317 ± 3.258 MPa, sendo que após ser contaminado com sangue os valores da força de adesão diminuíram para 6.974 ± 3.094 MPa e quando em exposição num meio ácido, este cimento de silicato de cálcio demonstrou os valores de força de adesão de 6.957 ± 4.090 MPa. O BD apresentou-se bastante suscetível à contaminação com sangue, com valores médios de resistência ao deslocamento de 9.094 ± 2.016 MPa, sendo que após exposição a PBS os

valores médios da força de adesão foram de 10.104 ± 5.835 MPa. Este material não se deixou afetar pela presença em ambiente ácido, tendo-se verificado valores médios de resistência ao deslocamento de 10.613 ± 4.865 MPa. O MM-MTA apresentou-se, tal como os restantes cimentos avaliados, extremamente suscetível à contaminação sanguínea, com valores médios de força de adesão de 1.978 ± 1.529 MPa. Dez dias após ter sido colocado no interior dos canais, este cimento apresentou valores da força de adesão de 2.078 ± 1.051 MPa quando exposto a PBS. Este novo biomaterial foi afetado positivamente pela presença de um ambiente ácido, tendo valores médios de resistência ao deslocamento de 3.375 ± 1.621 MPa (ver Figura 5).

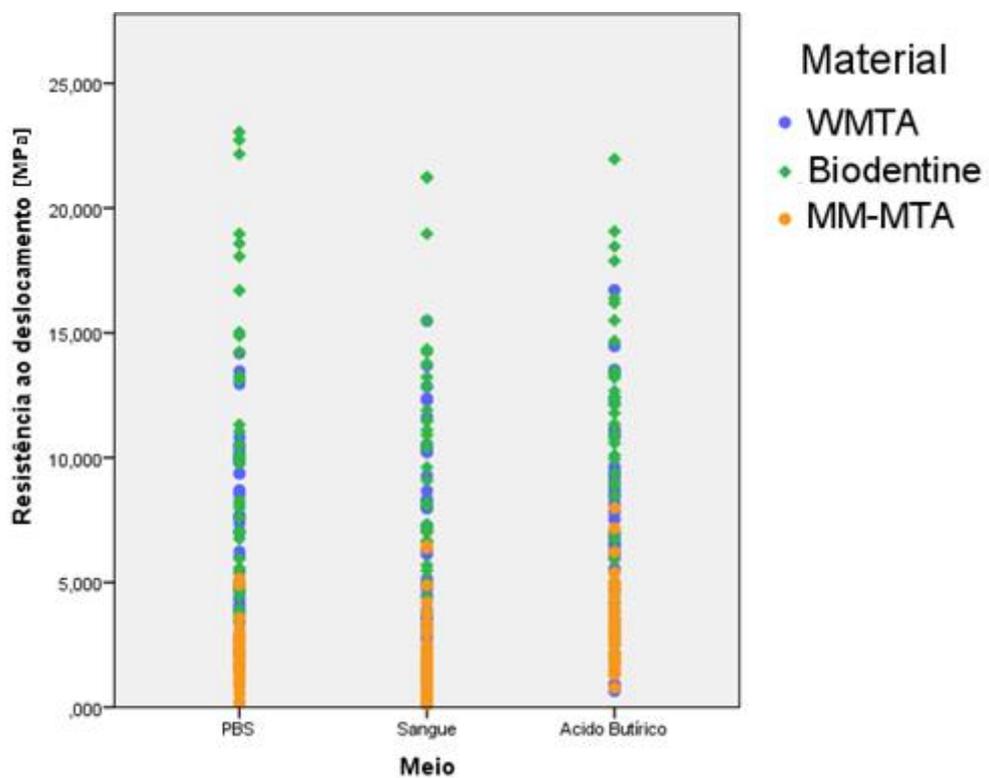


Figura 5 – Gráfico de dispersão com distribuição dos valores de resistência ao deslocamento segundo o material testado e o tratamento de superfície utilizado. Os diferentes materiais estão representados a diferentes cores: WMTA (azul), BD (verde) e MM-MTA (laranja). Os tratamentos de superfície utilizados são, da esquerda para a direita: PBS, sangue e ácido butírico.

Relativamente aos valores da força de resistência ao deslocamento entre as diferentes secções radiculares, verificou-se pela análise estatística através do teste Kruskal-Wallis, que existem diferenças estatisticamente significativas entre os mesmos ($p= 0.015$). No entanto, após utilização do teste Post-hoc de comparação (Mann-Whitney) dos grupos 2 a 2, corrigindo para comparações múltiplas (Dunn), verifica-se que apenas existem diferenças estatisticamente significativas entre a resistência ao deslocamento dos terços apical e coronal ($p= 0.022$), sendo que entre os terços apical e médio e os terços médio e coronal as diferenças não são estatisticamente significativas ($p= 1.000$ e $p= 0.065$, respetivamente). Os valores médios da resistência ao deslocamento no terço coronal foram os mais elevados, de 7.435 ± 4.931 MPa, os valores médios da resistência ao deslocamento no terço médio foram de 6.133 ± 4.79 MPa e o terço apical apresentou os valores médios de resistência ao deslocamento mais baixos de 5.929 ± 4.889 MPa (ver Figura 6).

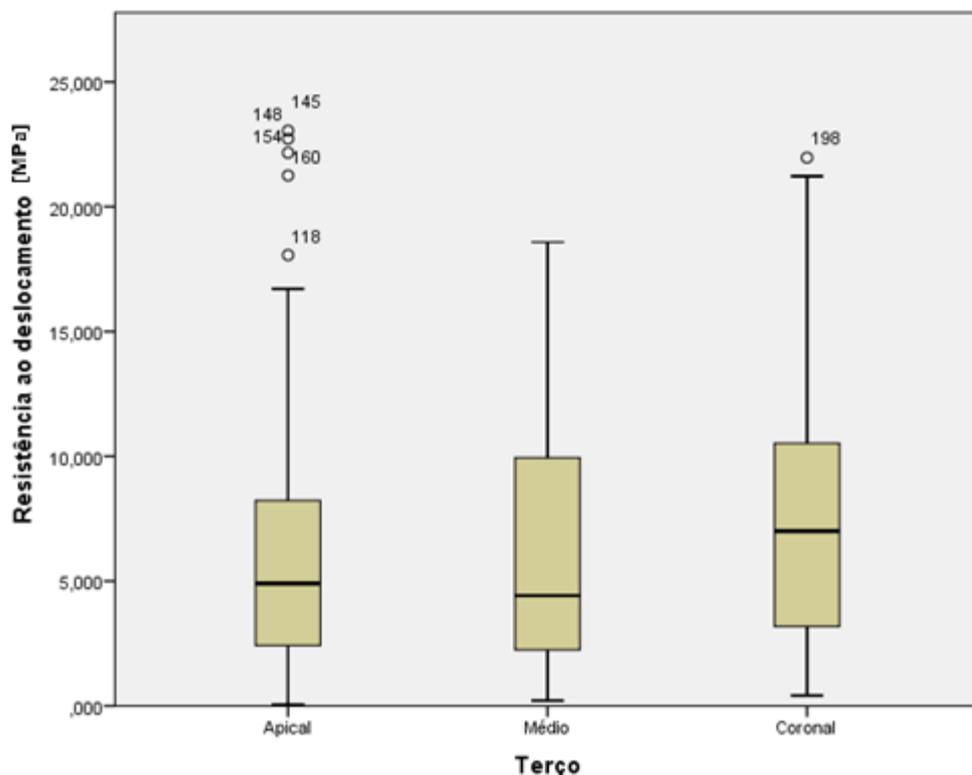


Figura 6 - Gráfico de extremos e quartis com a distribuição dos valores de força de adesão push-out para as diferentes secções de dente analisadas.

A maior parte das falhas foram do tipo adesivo (ver Figura 7A), ocorrendo entre o material e a dentina. Falhas deste tipo estão presentes em 288 das amostras (82.1%). Já 34 amostras apresentaram um padrão de fratura misto (9.7%) (ver Figura 7C). Foram ainda identificadas 29 amostras com falhas do tipo coesivo (8.3%) (ver Figura 7B). A análise do padrão de fratura das amostras está descrita na Tabela III. Ao utilizar a análise estatística através do teste de Qui-quadrado, foi demonstrado não existir uma associação significativa entre o material utilizado e o tipo de falha presente ($p= 0.157$), nem entre o tratamento de superfície utilizado e o tipo de falha ($p= 0.328$) (ver Figuras 8 e 9).

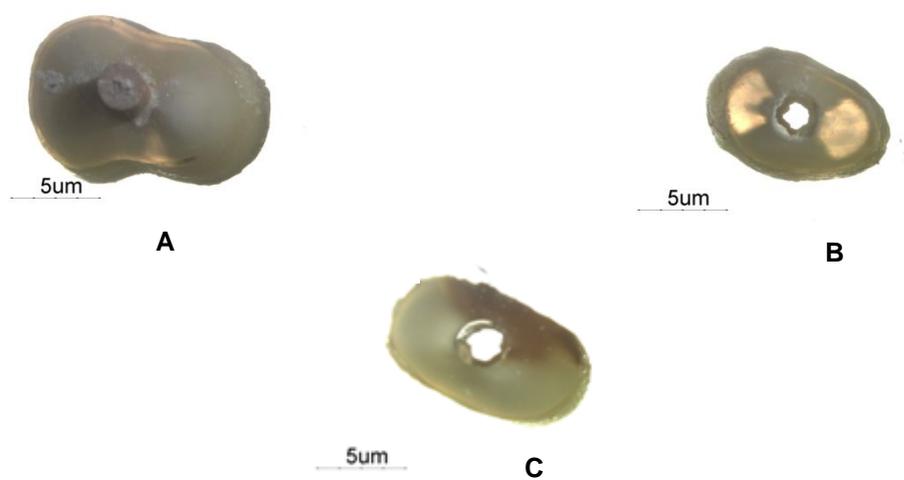


Figura 7 - Observação em Lupa Nikon SMZ1500 com ampliação 8x. A - Falha Adesiva, com material destacado claramente da parede dentinária. B – Falha Coesiva, com material visivelmente aderido em toda a parede dentinária. C – Falha Mista, verificando-se parte da parede dentinária com material residual e a restante parte da parede dentinária sem qualquer vestígio de cimento.

Tabela III – Distribuição dos tipos de falha (A- Falha Adesiva; C- Falha Coesiva; M- Falha Mista) dos diferentes grupos.

Material	Tipo de falha	Tratamento da superfície		
		PBS	SANGUE	ÁC. BUT
WMTA	A	36	33	35
	C	1	4	1
	M	2	2	3
BD	A	34	28	27
	C	3	5	5
	M	2	6	7
MM-MTA	A	32	31	32
	C	5	2	3
	M	2	6	4

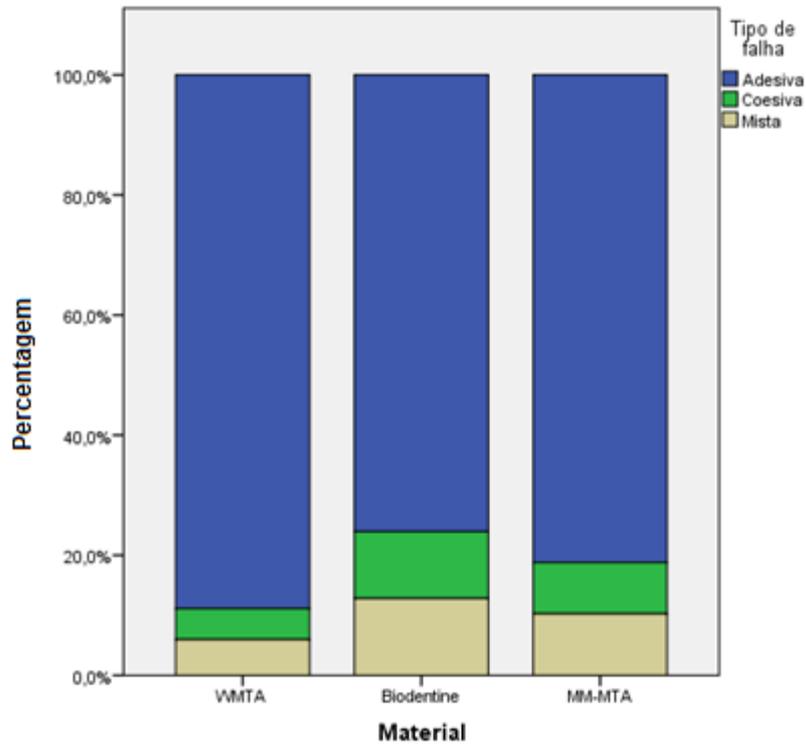


Figura 8 – Gráfico de barras com distribuição do padrão de fratura das amostras após realização dos testes de adesão push-out, para cada um dos materiais testados.

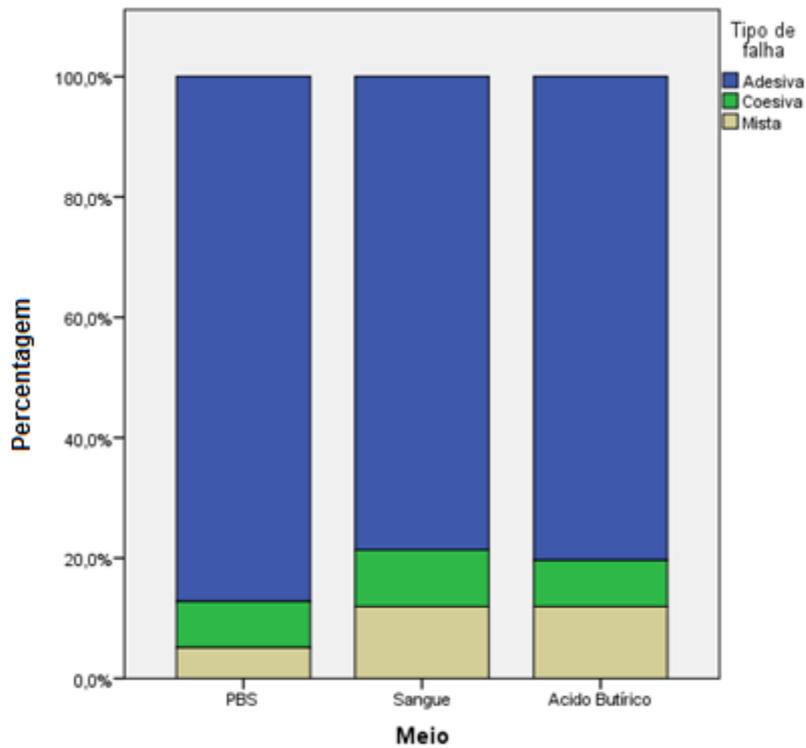


Figura 9 - Gráfico de barras com distribuição do padrão de fratura das amostras após realização dos testes de adesão push-out, para cada um dos tratamentos de superfície utilizados.

Até à data, vários estudos têm sido publicados acerca das propriedades químicas e físicas, biocompatibilidade e aplicações clínicas dos cimentos de silicato de cálcio. Estes cimentos são materiais endodônticos muito importantes para os clínicos, pois são utilizados em áreas críticas do dente, de que é exemplo a superfície externa da raiz, o que implica um contacto direto com os tecidos perirradiculares. Por isso mesmo, devem ser biocompatíveis, dimensionalmente estáveis, aderir à dentina, resistir a forças de deslocamento, prevenir a infiltração bacteriana e não devem ser afetados pela presença de diferentes fluidos tecidulares. De forma a providenciar estas características, foram introduzidas várias modificações à formulação do ProRoot® MTA (40, 44), de que são exemplos o Biodentine™ e o MicroMega-MTA™.

O estudo descrito na presente dissertação foi desenhado para avaliar a resistência ao deslocamento dos cimentos baseados em silicato de cálcio, sendo que as variáveis analisadas foram o tipo de biomaterial utilizado e o tipo de tratamento da superfície radicular.

A resistência ao deslocamento dos materiais reparadores de perfurações, de retro-obturações e de formação de barreiras apicais, é um importante fator de sucesso dos tratamentos. Esta importância revela-se precocemente, aquando da aplicação de forças nestes materiais, incluindo o tempo em que os materiais restauradores coronários estão a ser compactados, considerando-se nesta situação a força de adesão inicial. Com a amálgama, a pressão de compactação pode chegar a um máximo de 9.17 ± 3.04 MPa, sendo que estes são valores que podem ameaçar a retenção dos biomateriais. Por outro lado, a força de adesão tardia entre os biomateriais e a dentina é responsável pela resistência a forças funcionais, de que são exemplo as cargas mastigatórias (11, 43, 45).

Um ensaio clínico é a forma mais adequada para avaliar a qualidade e eficácia da adesão dos materiais. Porém, ensaios clínicos a longo prazo são difíceis de realizar. Por isso, diferentes técnicas podem ser utilizadas para medir esta força, sendo que neste estudo foram utilizados os testes da força de adesão *push-out*, que foi demonstrado ser a técnica mais eficiente e confiável para avaliar a resistência ao deslocamento dos materiais dentários numa investigação *in vitro* (9, 11, 12, 31, 38, 40). Recentemente, Chen WP *et al* (46) utilizaram o método dos elementos finitos para avaliar as limitações dos testes *push-out* e concluíram que estas são avaliações da adesão extremamente confiáveis, desde que executadas segundo determinados parâmetros bem definidos. Os autores sugeriram que a espessura das amostras deve ser superior a 1.1 mm e que a razão entre o diâmetro do pino individual de *push out* e o diâmetro

do material de obturação deve ser inferior a 0.85. Para a realização do presente estudo foram seguidas estas recomendações.

A criação de um bom selamento é um dos maiores requisitos dos materiais de obturação do sistema de canais radiculares, sendo vários os fatores envolvidos no aumento da retenção dos materiais baseados em silicato de cálcio, que incluem a presença de umidade, a exposição a PBS e o tempo decorrido desde a colocação do material. As reações de hidratação e maturação dos cimentos de silicato de cálcio continuam muito além do que é clinicamente observável, sendo que no caso específico do WMTA, estas ocorrem principalmente durante a primeira semana de presa. A hidratação deste biomaterial durante a toma de presa melhora significativamente os valores de adesão *push-out*, sendo que em situações clínicas que requerem uma melhor retenção do cimento, a câmara pulpar ou os canais radiculares devem estar humedecidos durante os primeiros 3 dias de presa, antes de qualquer tipo de tratamento adicional ser realizado (12, 20, 31, 45).

Os resultados deste estudo revelaram que a resistência ao deslocamento do BD foi significativamente maior que as do WMTA e do MM-MTA, independentemente do tipo de tratamento de superfície utilizado. A significativa supremacia do BD em relação ao WMTA verificada neste estudo está de acordo com os resultados de Elnaghy (38), que para além da força de adesão, avaliou também a microdureza de superfície e a força compressiva destes 2 materiais. A superioridade das propriedades do BD face ao WMTA pode ser atribuída às diferenças na composição destes cimentos.

O BD é um pó hidrofílico composto pela modificação da composição da formulação original dos cimentos de silicato de cálcio. A adição de cloreto de cálcio à composição, que funciona como um acelerador da reação de presa, influencia o grau de hidratação e a morfologia do CSH. A capacidade de presa da pasta de silicato tricálcico é determinada pela hidratação progressiva dos iões silicato no silicato tricálcico. Quando o silicato tricálcico reage com a água é depositado um gel de CSH, amorfo e nanoporoso, no silicato tricálcico original, enquanto os cristais de hidróxido de cálcio se agregam e crescem para ocuparem o espaço poroso disponível no gel previamente depositado. Com o decorrer do tempo, os géis de CSH polimerizam e endurecem. A adição do cloreto de cálcio à formulação original vai permitir aumentar o ritmo de formação de CSH ao redor da partícula hidratante, formando uma estrutura heterogénea com áreas de elevada e baixa densidade, situação que vai facilitar a difusão dos iões e da água através da camada de CSH inicial. Consequentemente haverá um maior ritmo de hidratação durante o período inicial de difusão controlada (10, 15, 36, 47). Wang *et al* (47) investigaram o efeito do cloreto de cálcio no tempo de presa, valores de pH e força compressiva do silicato tricálcico. Relativamente às alterações de pH, os autores constataram

que a adição de cloreto de cálcio leva a uma diminuição do pH da pasta de silicato tricálcico até 10.5, o que é aceitável sendo que as atividades antibacterianas e anti-inflamatórias ao redor das superfícies radiculares, são exercidas com eficácia quando os valores de pH são superiores a 9.5. Os autores verificaram que quando o cloreto de cálcio estava presente em 15% da composição da pasta de silicato tricálcico, os tempos de presa inicial e final diminuíram para cerca de metade dos tempos da formulação original. No entanto, quando aumentada a quantidade de cloreto de cálcio para cerca de 20% da composição da pasta, os mesmos tempos de presa foram muito maiores do que a percentagem previamente utilizada. Os autores constataram também, através da análise de imagens de microscopia eletrônica de varrimento, que os macro e micro poros da pasta diminuíram com o aumento da percentagem de cloreto de cálcio até 10%, sendo que quando chegou aos 15% os macro e micro poros aumentaram novamente. Assim concluíram que o efeito de aceleração do cloreto de cálcio é dependente da dose utilizada, ou seja há menor duração dos tempos de presa quando há 15% de cloreto de cálcio presente na pasta de silicato tricálcico. Os autores verificaram também que os valores médios da força de compressão são mais elevados com 10% de cloreto de cálcio presente na pasta e através da análise de imagens de microscopia eletrônica de varrimento, encontraram pequenos cristais tipo agulha durante a fase de hidratação do silicato tricálcico, que indicam a presença de uma rápida cristalização, provavelmente devido ao caráter altamente iônico da solução quando presente o cloreto de cálcio durante a presa e endurecimento do silicato tricálcico.

A constituição do BD substitui o componente radiopaco da composição original por dióxido de zircônio, sendo que está provado que o óxido de bismuto presente no WMTA e no MM-MTA vai diminuir a força coesiva do cimento. Outra das modificações do BD é a presença de carbonato de cálcio na composição do pó, de forma a fornecer biocompatibilidade e maior conteúdo de cálcio à pasta de silicato tricálcico. Da composição original foi também removido o silicato dicálcico, cuja hidratação é mais lenta que a do silicato tricálcico, e que vai afetar tanto a força compressiva, como a força *push-out* dos cimentos que incorporam este composto, que apenas conseguem atingir valores máximos vários dias após a mistura. Também importante é o polímero hidrossolúvel presente no líquido, baseado em poliacrilato, pois permite a manutenção do equilíbrio entre o baixo conteúdo de água e a consistência da mistura, de forma a permitir condições ótimas de manipulação e posteriormente, condições de presa ideais (8, 15). Assim percebe-se o motivo por que aos 10 dias após colocação do BD no interior dos canais radiculares, este apresenta forças de adesão significativamente mais elevadas que o WMTA, durante o mesmo período.

Relativamente ao MM-MTA a literatura é escassa. Segundo afirma o fabricante, este cimento tem um tempo de presa reduzido devido à adição de carbonato de cálcio, e propriedades de

manipulação melhoradas relativamente à formulação original. Neste estudo, os valores médios da força de resistência ao deslocamento deste novo cimento baseado em silicato de cálcio foram, na melhor das situações, cerca de metade dos valores médios da força de adesão do WMTA à dentina e um terço dos valores médios da força de adesão *push-out* do BD. Este biomaterial contém óxido de bismuto, que está presente no WMTA em cerca de 20%, que para além de ser radiopaco vai atuar como uma falha interna com conseqüente maior porosidade da pasta e menos água utilizada na reação de presa, diminuindo por isso a força do cimento. O MM-MTA é apresentado numa cápsula de auto-mistura, que é uma evolução extremamente aprazível aos clínicos. Para além das vantagens de manipulação deste revolucionário método de mistura do cimento, há um melhoramento das suas propriedades físicas como a viscosidade, tempo de presa e fluidez. O método utilizado para misturar um cimento é fundamental para produzir um contacto eficaz entre as partículas de pó e o líquido e para que a presa se dê com características biológicas, físicas e químicas ótimas. A mistura das partículas no líquido, sob condições ótimas a 4300 oscilações por minuto vai permitir uma mistura mais homogénea, com diminuição do tamanho das partículas que penetram os túbulos dentinários, devendo aumentar os valores de adesão *push out* pelo aumento da quantidade de água absorvida, quando comparada a uma espatulação efetuada pelo clínico (12, 34, 40).

Os resultados demonstrados neste estudo são pioneiros, sendo que existe apenas um estudo de Celik *et al* (40), cujo objetivo foi comparar a força adesiva *push out* do MM-MTA com outros 2 cimentos de silicato de cálcio (DiaRoot® BioAggregate e MTA-Angelus), após 2 diferentes regimes de irrigação. Os autores aferem o MM-MTA como detentor dos valores de resistência ao deslocamento mais elevados de cerca de 5.786 ± 0.798 MPa, após um protocolo de irrigação normal com NaOCl 1%. No presente estudo todos os valores respetivos ao MM-MTA não ultrapassaram os 3.375 ± 1.621 MPa, independentemente do tratamento de superfície utilizado. Sugere-se portanto uma análise detalhada à composição deste biomaterial, averiguando a percentagem de cada componente incluído na pasta de silicato tricálcico para assim perceber o motivo das baixas forças de adesão deste cimento de CSH à dentina.

Está descrito que a exposição dos cimentos baseados em silicato de cálcio a fluídos tecidulares sintéticos, tais como uma solução salina tamponada de fosfato (PBS), influencia positivamente a força de adesão *push out* dos mesmos. Quando em contacto com PBS, o WMTA liberta alguns componentes que servem como gatilho para a precipitação inicial dos fosfatos de cálcio amorfos, que agem como precursores para a formação da apatite carbonatada. A apatite formada leva à geração de uma camada interfacial com mineralização intratubular a nível da interface do biomaterial com a dentina. Esta capacidade do MTA formar hidroxiapatite permite-lhe a designação de biocompatível e bioativo, sendo que através da libertação de cálcio e subsequente precipitação de hidroxiapatite, este cimento tem um papel

ativo na promoção da formação de tecidos duros (24, 44). Neste estudo, as amostras obturadas com WMTA apresentaram os valores de resistência ao deslocamento mais elevados quando embebidas em PBS, embora sem diferenças estatisticamente significativas quando comparados aos valores médios de adesão *push out* das amostras com diferentes tratamentos de superfície. Estes resultados concordam com o estudo de Shokouhinejad *et al* (9), que avaliaram a força de adesão *push out* do GMTA após exposição a valores de pH 7.4, 6.4, 5.4 e 4.4 durante 4 dias e verificaram um decréscimo gradual dos valores médios de resistência ao deslocamento das amostras, com diferenças estatisticamente significativas entre os diferentes tratamentos de superfície. Utilizando os mesmos valores de pH, Elnaghy (38) realizou um estudo para comparar certas propriedades do WMTA e do BD, nomeadamente a força de adesão *push out* após exposição aos diferentes tratamentos de superfície durante 7 dias. Considera-se que os resultados da investigação de Elnaghy (38) foram de encontro aos obtidos neste estudo e no de Shokouhinejad *et al* (9), visto que a diferença entre as composições do GMTA e do WMTA não aparenta ser influente na força de resistência ao deslocamento destes materiais. No entanto, discordam com os resultados do presente estudo relativamente às amostras obturadas com BD. Almeida *et al* (44) analisaram a influência da exposição do WMTA com e sem cloreto de cálcio ao PBS, durante 3, 28 e 60 dias e concluíram que há um aumento dos valores da força de adesão *push out* ao longo do período de estudo. Esta situação pode por isso ser explicada pelo facto de a formação da interface de apatite carbonatada ser dependente do tempo. Almeida *et al* (44) referem que a nível clínico, o selamento da comunicação entre o canal radicular e o periodonto é feito pela superfície externa do biomaterial, que contacta com os fluídos tecidulares. A face interna do material pode contactar com PBS, agindo este como um agente indutor do processo de biomineralização e ao fim de 60 dias, os autores inovadoramente sugerem que seria uma ótima alternativa para aumentar a força de resistência ao deslocamento ao stress funcional.

O sangue consiste em diferentes células e proteínas, como a albumina, que são capazes de ocluir os túbulos dentinários e as falhas entre o material reparador e as paredes dentinárias. Os mecanismos de adesão dos cimentos de silicato de cálcio às paredes dentinárias passam pela agregação e crescimento de cristais de hidroxiapatite, que vão preencher os espaços entre os materiais e as paredes canales, gerando com o tempo uma união físico-química entre si. Considerando este processo de adesão, parece que a contaminação das paredes radiculares com sangue interfere com as fases iniciais e tardias da adesão, devido a todos os intervalos de material não aderido (31). No presente estudo, todos os biomateriais avaliados apresentaram valores de força de adesão *push out* mais baixos após a contaminação com sangue, revelando a suscetibilidade dos cimentos baseados em silicato de cálcio a um ambiente local sem uma correta hemostase. O estudo de VanderWeele *et al* (48) é concordante com a presente

investigação, sendo que foi analisada a resistência ao deslocamento do GMTA em simulação de perfurações de furca, com e sem contaminação sanguínea durante 24 horas, 72 horas e 7 dias. Estes resultados são também consistentes com os do estudo de Rahimi *et al* (31), durante o qual foi avaliado o efeito da contaminação sanguínea nas características de retenção do WMTA em reconstruções da área de furca. Assim, com base nos resultados destes estudos *in vitro*, considera-se que a hemostase deve ser considerada um importante passo, prévio à colocação dos cimentos de silicato de cálcio na superfície radicular. (31).

No corpo humano, uma leve alteração do pH abaixo das condições fisiológicas normais, é regulada pelo sistema tampão bicarbonato – ácido carbônico e os outros sistemas reguladores do pH atuam nos tecidos periodontais e conjuntivo. Sob certas aplicações clínicas, os materiais baseados em silicato de cálcio são colocados em ambientes onde é possível que exista inflamação e a superfície do material será exposta a ambientes com baixos valores de pH, particularmente devido à acidose metabólica local induzida pelas bactérias. A colocação dos cimentos de silicato de cálcio em ambientes inflamatórios de baixos valores de pH pode afetar as suas propriedades químicas e físicas, sendo por isso de extrema importância a avaliação das alterações nas propriedades destes materiais após implantados ou imersos em soluções fisiológicas com diferentes valores de pH (38, 49).

Na presença de fluídos tecidulares, a hidratação dos biomateriais de silicato de cálcio e consequente biomineralização na interface cimento-dentina, ocorre devido à libertação de constituintes catiónicos dos cimentos para o ambiente oral e à formação de cristais de hidroxiapatite pelo sistema cimento-PBS, com consequente deposição nas fibras de colagénio, promovendo uma agregação mineral controlada na dentina e ativando a formação de uma camada interfacial híbrida, com estruturas tipo *tag*, entre a dentina e o cimento. O desenvolvimento destes cristais e consequente formação da camada híbrida no intervalo interfacial dos materiais com a dentina é provavelmente perturbado quando ocorre em ambientes altamente acídicos. Estas condições ambientais guiam a uma maior degradação e dissolução dos materiais baseados em silicato de cálcio, resultando numa estrutura coesa instável, o que pode revelar um ambiente associado a colonização bacteriana, que facilita a passagem dos microorganismos ou dos seus produtos metabólicos para os tecidos periapicais (4, 9, 12, 38, 45).

Neste estudo foi utilizado o ácido butírico, um bioproduto do metabolismo bacteriano anaeróbio, para simular as condições clínicas ambientais de uma infeção perirradicular, que tipicamente diminui o pH dos tecidos ao redor do dente para cerca de 5.5 (23, 38). Os resultados obtidos permitiram perceber que o WMTA foi o cimento testado que mais se deixou afetar pela contaminação acídica do ambiente. Shokouhinejad *et al* (9) avaliaram a força de adesão *push*

out do GMTA após exposição a valores de pH 7.4, 6.4, 5.4 e 4.4 durante 4 dias e verificaram um decréscimo gradual dos valores médios de resistência ao deslocamento das amostras, com tratamentos de superfície com valores de pH progressivamente mais baixos. Utilizando os mesmos valores de pH, Elnaghy (38) realizou um estudo para comparar a força de adesão *push out*, a microdureza de Vickers e a força compressiva do WMTA e do BD, após exposição aos diferentes tratamentos de superfície durante 7 dias. Os resultados do autor foram concordantes com os obtidos por Shokouhinejad *et al* (9). Elnaghy (38) verificou que após imersão em solução com pH=7.4, a microdureza de superfície das amostras obturadas tanto com BD como com WMTA, era significativamente superior às submetidas a tratamentos de superfície com valores de pH inferiores. Os resultados da presente investigação permitem verificar a influência nefasta que os ambientes acídicos têm nas propriedades do WMTA. Aferiu-se ainda uma resistência superior dos novos cimentos de silicato de cálcio testados quando em presença de ambientes acídicos, sendo que o BD não se deixou afetar por esta contaminação acídica e o MM-MTA foi beneficiado pela mesma.

Relativamente aos valores médios da força de adesão *push out* nas diferentes secções radiculares, existem diferenças estatisticamente significativas entre os terços apical e coronal, sendo que este último obteve os valores médios de resistência ao deslocamento mais elevados de toda a unidade dente. Tendo em conta que a área de adesão em mm^2 é muito semelhante em todas as amostras consideradas e igual ao produto de 2π pelo raio constante de 0.65 mm e pela espessura da amostra de 2.003 ± 0.157 mm, as diferenças entre os valores da resistência ao deslocamento são provavelmente provenientes das variações na densidade tubular ao longo das paredes canulares, da menor eficácia na remoção da *smear layer* e da maior dificuldade técnica de compactação dos biomateriais no terço apical do dente. Estes resultados são de extrema importância, principalmente no que concerne aos terços médio e apical, visto que na reparação de perfurações, estes segmentos radiculares são mais severamente expostos a forças durante a compactação dos materiais de obturação (50). Assim, é sugerida a adoção de medidas extraordinárias de precaução aquando da colocação de cimentos baseados em silicato de cálcio nos terços médios e apicais dos dentes.

A análise do modo de falha mostrou que maioritariamente as falhas foram do tipo adesivo, ou seja, entre o material de obturação e a dentina. Estes resultados estão de acordo com Vanderweele *et al* (48), que verificaram que o padrão de falha determinante foi do tipo adesivo, através da realização de testes de força *push out* às 24 horas, às 72 horas e aos 7 dias após obturação de amostras de GMTA contaminadas e não contaminadas com sangue. Shokouhinejad *et al* (9) constataram também que o tipo de falha predominantemente presente era do tipo adesivo, após realização do teste de resistência ao deslocamento do GMTA quando exposto a diferentes valores de pH acídicos, durante 4 dias. Em concordância, Saghiri *et al* (11)

avaliaram a força de adesão *push out* do WMTA na presença de valores de pH alcalinos durante 3 dias, apercebendo-se que o padrão de falha foi adesivo para todos os grupos testados. Elnaghy (38) chegou também à conclusão que a maior parte das falhas eram do tipo adesivo, num estudo em que avaliou diferentes propriedades do BD e do WMTA, após exposição a valores de pH acídicos durante 7 dias. Celik *et al* (40) chegaram à mesma conclusão relativamente ao padrão de fratura das amostras submetidas ao teste de resistência ao deslocamento do MM-MTA, DiaRoot® BioAggregate e MTA-Angelus, após aplicação de 2 diferentes protocolos de irrigação. O padrão de fratura predominante nos estudos acima mencionados é comum aos diversos materiais testados, independentemente do ambiente de exposição. Este pode dever-se ao tempo de armazenamento das amostras ter sido de curta duração, cerca de 10 dias no presente estudo, e um período inferior nas investigações acima mencionadas. Após colocação do cimento no canal radicular, os cristais de hidroxiapatite agrupam-se e crescem, preenchendo os espaços microscópicos entre o material e a parede de dentina. Inicialmente este selamento é mecânico, mas com o decorrer do tempo a reação entre a camada de hidroxiapatite e a dentina leva à geração de uma união química, que conduz a um aumento da ligação do cimento à dentina (9, 11, 31, 48). Sugere-se então a realização de estudos deste género a longo prazo, para avaliar o efeito do envelhecimento na força de adesão entre os cimentos de silicato de cálcio e a dentina, que tem mostrado uma tendência de aumento com a expansão do período de armazenamento.

Os biomateriais abordados neste estudo caracterizam-se pela sua biocompatibilidade e capacidade de selamento. No entanto existe a necessidade de aperfeiçoar estes cimentos, pois a sua complicada manipulação, a difícil colocação em canais estreitos e curvos e a exigência técnica necessária à sua remoção, estão ainda longe do desejável pelos clínicos (20).

Apesar das limitações metodológicas deste estudo, os resultados desta investigação apresentam significância clínica, pois permitem-nos perceber quais os cimentos baseados em silicato de cálcio que são capazes de resistir a forças de deslocamento e de que forma esta sua propriedade pode ser afetada pelo ambiente local.

CONCLUSÕES

Em adição aos estudos já existentes confirmou-se a primazia do Biodentine™ relativamente ao ProRoot® MTA, sendo este último considerado o cimento de silicato de cálcio *gold-standard* atualmente. Sobre o Biodentine™ é possível concluir que pode ser utilizado em segurança na realização dos procedimentos para o qual é indicado, visto que nesta investigação apresentou valores de resistência ao deslocamento bastante elevados e significativamente superiores aos dos restantes cimentos de silicato de cálcio hidratado. O presente estudo permite ainda aferir outra vantagem deste novo biomaterial, que é a sua maior resistência à presença de ambientes locais acídicos quando comparado à formulação original dos cimentos baseados em silicato de cálcio nas mesmas condições.

Com este estudo foi possível perceber a importante influência do ambiente local na reação de presa do ProRoot® MTA, pois este cimento endodôntico apresentou um decréscimo significativo dos valores de resistência ao deslocamento após ter sido exposto a um ambiente ácido, quando comparado aos valores apresentados por este biomaterial após exposto a uma solução salina tamponada com fosfato.

Relativamente ao MicroMega MTA™, é possível aferir que se caracteriza por valores de resistência ao deslocamento muito inferiores aos apresentados pelos restantes biomateriais testados. Este cimento de silicato de cálcio apresenta-se vantajoso relativamente aos restantes materiais testados, no que respeita à sua menor suscetibilidade à presença de ambientes locais acídicos. No presente momento é sugerida a utilização do MicroMega MTA™ de forma cautelosa, sendo que após a sua colocação devem ser evitadas forças intensas a curto e longo prazo, como as que acontecem durante a compactação dos materiais de restauração coronários ou através da carga mastigatória. Recomenda-se a realização de estudos acerca das suas propriedades físico-químicas.

Por último, é possível aferir após a realização deste estudo que todos os cimentos baseados em silicato de cálcio testados foram significativamente afetados pela contaminação sanguínea. Assim, devido à comprovação do efeito deletério que a contaminação com sangue tem na adesão dos biomateriais à dentina, recomenda-se o controlo da hemostase e a cuidadosa remoção de quaisquer vestígios de sangue previamente à colocação destes biomateriais nas paredes dentinárias.

BIBLIOGRAFIA

1. Mente J, Leo M, Panagidis D, Ohle M, Schneider S, Lorenzo Bermejo J, et al. Treatment outcome of mineral trioxide aggregate in open apex teeth. *Journal of endodontics*. 2013;39(1):20-6.
2. Dr.Tulsi Sanghavi* DNS, Dr.Ruchi Rani Shah**. Comparative Analysis Of Sealing Ability Of Biodentin And Calcium Phosphate Cement Against Mineral Trioxide Aggregate (Mta) As A Furcal Perforation Repair Material (An In Vitro Study). *NJIRM*. 2013.
3. Ryan M. Walsh D, Karl F. Woodmansey, DDS, Gerald N. Glickman, DDS, MS,, and Jianing He D, PhD. Evaluation of Compressive Strength of Hydraulic Silicate-based Root-end Filling Materials. *Journal of endodontics*. 2013.
4. Watts JD, Holt DM, Beeson TJ, Kirkpatrick TC, Rutledge RE. Effects of pH and mixing agents on the temporal setting of tooth-colored and gray mineral trioxide aggregate. *Journal of endodontics*. 2007;33(8):970-3.
5. Torabinejad M, Hong CU, McDonald F, Pitt Ford TR. Physical and chemical properties of a new root-end filling material. *Journal of endodontics*. 1995;21(7):349-53.
6. Torabinejad M, Smith PW, Kettering JD, Pitt Ford TR. Comparative investigation of marginal adaptation of mineral trioxide aggregate and other commonly used root-end filling materials. *Journal of endodontics*. 1995;21(6):295-9.
7. Huang TH, Ding SJ, Hsu TZ, Lee ZD, Kao CT. Root canal sealers induce cytotoxicity and necrosis. *Journal of materials science Materials in medicine*. 2004;15(7):767-71.
8. Parirokh M, Torabinejad M. Mineral trioxide aggregate: a comprehensive literature review--Part I: chemical, physical, and antibacterial properties. *Journal of endodontics*. 2010;36(1):16-27.
9. Shokouhinejad N, Nekoofar MH, Iravani A, Kharrazifard MJ, Dummer PM. Effect of acidic environment on the push-out bond strength of mineral trioxide aggregate. *Journal of endodontics*. 2010;36(5):871-4.
10. Priyalakshmi.S MR. Review on Biodentine-A Bioactive Dentin Substitute. *Journal of Dental and Medical Sciences*. 2014;Volume 13(1):13-7.
11. Saghiri MA, Shokouhinejad N, Lotfi M, Aminsobhani M, Saghiri AM. Push-out bond strength of mineral trioxide aggregate in the presence of alkaline pH. *Journal of endodontics*. 2010;36(11):1856-9.
12. Shahi S, Rahimi S, Yavari HR, Samiei M, Janani M, Bahari M, et al. Effects of various mixing techniques on push-out bond strengths of white mineral trioxide aggregate. *Journal of endodontics*. 2012;38(4):501-4.
13. Zhou HM, Shen Y, Wang ZJ, Li L, Zheng YF, Hakkinen L, et al. In vitro cytotoxicity evaluation of a novel root repair material. *Journal of endodontics*. 2013;39(4):478-83.
14. Asgary S, Shahabi S, Jafarzadeh T, Amini S, Kheirieh S. The properties of a new endodontic material. *Journal of endodontics*. 2008;34(8):990-3.
15. Camilleri J, Kralj P, Veber M, Sinagra E. Characterization and analyses of acid-extractable and leached trace elements in dental cements. *International endodontic journal*. 2012;45(8):737-43.
16. Neeta Shetty MK. Biominerals in restorative dentistry. *Journal of Interdisciplinary Dentistry*. 2013;3(2).
17. Giachelli CM, Steitz S. Osteopontin: a versatile regulator of inflammation and biomineralization. *Matrix biology : journal of the International Society for Matrix Biology*. 2000;19(7):615-22.
18. Parirokh M, Torabinejad M. Mineral trioxide aggregate: a comprehensive literature review--Part III: Clinical applications, drawbacks, and mechanism of action. *Journal of endodontics*. 2010;36(3):400-13.
19. Tay FR, Pashley DH, Rueggeberg FA, Loushine RJ, Weller RN. Calcium phosphate phase transformation produced by the interaction of the portland cement component of white mineral trioxide aggregate with a phosphate-containing fluid. *Journal of endodontics*. 2007;33(11):1347-51.

20. El-Ma'aitha AM, Qualtrough AJ, Watts DC. The effect of smear layer on the push-out bond strength of root canal calcium silicate cements. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 2013;29(7):797-803.
21. Camilleri J, Montesi FE, Brady K, Sweeney R, Curtis RV, Ford TR. The constitution of mineral trioxide aggregate. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 2005;21(4):297-303.
22. Darvell BW, Wu RC. "MTA"-an Hydraulic Silicate Cement: review update and setting reaction. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 2011;27(5):407-22.
23. Namazikhah MS, Nekoofar MH, Sheykhrezae MS, Salariyeh S, Hayes SJ, Bryant ST, et al. The effect of pH on surface hardness and microstructure of mineral trioxide aggregate. *International endodontic journal*. 2008;41(2):108-16.
24. Bozeman TB, Lemon RR, Eleazer PD. Elemental analysis of crystal precipitate from gray and white MTA. *Journal of endodontics*. 2006;32(5):425-8.
25. Mark C. Tingey D, Peter Bush, BS, and Ming Shih Levine, DDS, MS. Analysis of Mineral Trioxide Aggregate Surface when Set in the Presence of Fetal Bovine Serum. *JOE*. 2007;34(1).
26. Lotfi M, Vosoughhosseini S, Saghiri M, Zand V, Yavari HR, Kimyai S, et al. Effect of alkaline pH on sealing ability of white mineral trioxide aggregate. *Medicina oral, patologia oral y cirugia bucal*. 2011;16(7):e1014-6.
27. Ha WN, Kahler B, Walsh LJ. Particle size changes in unsealed mineral trioxide aggregate powder. *Journal of endodontics*. 2014;40(3):423-6.
28. Torabinejad M, Parirokh M. Mineral trioxide aggregate: a comprehensive literature review--part II: leakage and biocompatibility investigations. *Journal of endodontics*. 2010;36(2):190-202.
29. Torabinejad M, Hong CU, Lee SJ, Monsef M, Pitt Ford TR. Investigation of mineral trioxide aggregate for root-end filling in dogs. *Journal of endodontics*. 1995;21(12):603-8.
30. Chang SW, Lee SY, Kum KY, Kim EC. Effects of ProRoot MTA, Bioaggregate, and Micromega MTA on odontoblastic differentiation in human dental pulp cells. *Journal of endodontics*. 2014;40(1):113-8.
31. Rahimi S, Ghasemi N, Shahi S, Lotfi M, Froughreyhani M, Milani AS, et al. Effect of blood contamination on the retention characteristics of two endodontic biomaterials in simulated furcation perforations. *Journal of endodontics*. 2013;39(5):697-700.
32. Torabinejad M, DMD, MSD, PhD, and Noah Chivian, DDS, FICD, FAC. Clinical Applications of Mineral Trioxide Aggregate. *Journal of endodontics*. 1999;25(3).
33. Palma PJRd. Apexificação e Revascularização pulpar em dentes permanentes imaturos: estudo experimental in vivo: Faculdade de Medicina da Universidade de Coimbra; 2013.
34. Ber BS, Hatton JF, Stewart GP. Chemical modification of proroot mta to improve handling characteristics and decrease setting time. *Journal of endodontics*. 2007;33(10):1231-4.
35. I. Khalil JI, C. Chaccar², J. M. Sautier¹, A. Berdal¹, N. Naaman², A. Naaman. Biocompatibility assessment of modified portland cement in comparison with MTA[®]: In vivo and in vitro studies. *Saudi Endodontic Journal*. 2012;2(1).
36. Bachoo IK, Seymour D, Brunton P. A biocompatible and bioactive replacement for dentine: is this a reality? The properties and uses of a novel calcium-based cement. *British dental journal*. 2013;214(2):E5.
37. Camilleri J, Sorrentino F, Damidot D. Investigation of the hydration and bioactivity of radiopacified tricalcium silicate cement, Biodentine and MTA Angelus. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 2013;29(5):580-93.
38. Amr M. Elnaghy B, MSc, PhD. Influence of Acidic Environment on Properties of Biodentine and White Mineral Trioxide Aggregate: A Comparative Study. *Journal of endodontics*. 2013.
39. Kum KY, Kim EC, Yoo YJ, Zhu Q, Safavi K, Bae KS, et al. Trace metal contents of three tricalcium silicate materials: MTA Angelus, Micro Mega MTA and Bioaggregate. *International endodontic journal*. 2013.
40. Celik D, Er K, Serper A, Tasdemir T, Ceyhanli KT. Push-out bond strength of three calcium silicate cements to root canal dentine after two different irrigation regimes. *Clinical oral investigations*. 2013.

41. Bolhari B, Nekoofar MH, Sharifian M, Ghabrai S, Meraji N, Dummer PM. Acid and Microhardness of Mineral Trioxide Aggregate and Mineral Trioxide Aggregate-like Materials. *Journal of endodontics*. 2014;40(3):432-5.
42. Nekoofar MH, Namazikhah MS, Sheykhrezae MS, Mohammadi MM, Kazemi A, Aseeley Z, et al. pH of pus collected from periapical abscesses. *International endodontic journal*. 2009;42(6):534-8.
43. Salem Milani A, Froughreyhani M, Charchi Aghdam S, Pournaghiazar F, Asghari Jafarabadi M. Mixing with propylene glycol enhances the bond strength of mineral trioxide aggregate to dentin. *Journal of endodontics*. 2013;39(11):1452-5.
44. de Almeida J, Felipe MC, Bortoluzzi EA, Teixeira CS, Felipe WT. Influence of the exposure of MTA with and without calcium chloride to phosphate-buffered saline on the push-out bond strength to dentine. *International endodontic journal*. 2013.
45. Hashem AA, Wanees Amin SA. The effect of acidity on dislodgment resistance of mineral trioxide aggregate and bioaggregate in furcation perforations: an in vitro comparative study. *Journal of endodontics*. 2012;38(2):245-9.
46. Chen WP, Chen YY, Huang SH, Lin CP. Limitations of push-out test in bond strength measurement. *Journal of endodontics*. 2013;39(2):283-7.
47. Wang X, Sun H, Chang J. Characterization of Ca₃SiO₅/CaCl₂ composite cement for dental application. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 2008;24(1):74-82.
48. Vanderweele RA, Schwartz SA, Beeson TJ. Effect of blood contamination on retention characteristics of MTA when mixed with different liquids. *Journal of endodontics*. 2006;32(5):421-4.
49. Shie MY, Huang TH, Kao CT, Huang CH, Ding SJ. The effect of a physiologic solution pH on properties of white mineral trioxide aggregate. *Journal of endodontics*. 2009;35(1):98-101.
50. Nagas E, Cehreli ZC, Ozgur Uyanik M, Durmaz V, Vallittu PK, Lassila LV. Bond strength of mineral trioxide aggregate to root dentin after exposure to different irrigation solutions. *Dental traumatology : official publication of International Association for Dental Traumatology*. 2013.

ÍNDICE GERAL

	PÁG.
RESUMO	5
INTRODUÇÃO	8
MATERIAL E MÉTODOS	17
RESULTADOS	21
DISCUSSÃO	28
CONCLUSÕES	36
BIBLIOGRAFIA	37

FIGURA 1 - Esquerda: Unidade de corte Struers Accutom-5. Direita: Máquina de testes universal SHIMADZU AUTOGRAPH AG-X 1kN	19
FIGURA 2 - Gráfico de extremos e quartis com a distribuição dos valores de força de adesão <i>push-out</i> para os 9 subgrupos testados.....	21
FIGURA 3 - Gráfico de extremos e quartis com a distribuição dos valores de força de adesão <i>push-out</i> para os 3 materiais testados.....	22
FIGURA 4 - Gráfico de extremos e quartis com a distribuição dos valores de força de adesão <i>push-out</i> para os 3 tratamentos de superfície utilizados.....	23
FIGURA 5 - Gráfico de dispersão com distribuição dos valores de resistência ao deslocamento segundo o material testado e o tratamento de superfície utilizado.....	24
FIGURA 6 - Gráfico de extremos e quartis com a distribuição dos valores de força de adesão <i>push-out</i> para as diferentes secções de dente analisadas.	25
FIGURA 7 - Observação em Lupa Nikon SMZ1500 com ampliação 8x (A - Falha Adesiva, B – Falha Coesiva, C – Falha Mista).....	26
FIGURA 8 - Gráfico de barras com distribuição do padrão de fratura das amostras após realização dos testes de adesão <i>push-out</i> , para cada um dos materiais testados.....	27
FIGURA 9 - Gráfico de barras com distribuição do padrão de fratura das amostras após realização dos testes de adesão <i>push-out</i> , para cada um dos tratamentos de superfície utilizados.....	27

ÍNDICE DE TABELAS

	PÁG.
TABELA I - Protocolos de preparação das superfícies dentárias para os 3 diferentes meios avaliados	18
TABELA II - Resultados da força de resistência ao deslocamento dos 3 cimentos de silicato de cálcio avaliados.....	22
TABELA III - Distribuição dos tipos de falha dos diferentes grupos (A- Falha Adesiva; C- Falha Coesiva; M- Falha Mista).....	26