



## Investigação original

# Solubilidade e desintegração de cimentos à base de agregados minerais contendo diferentes radiopacificadores



Jean Sérgio da Silva<sup>a</sup>, Lucas da Fonseca Roberti Garcia<sup>a,\*</sup>, Bruno Alexandre Pacheco de Castro Henriques<sup>b,c</sup>, Cleonice da Silveira Teixeira<sup>a</sup>, Eduardo Antunes Bortoluzzi<sup>a</sup>

<sup>a</sup> Departamento de Odontologia, Área de Endodontia, Centro de Ciências da Saúde, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, SC, Brasil.

<sup>b</sup> CERMAT – Núcleo de Pesquisas em Materiais Cerâmicos e Compósitos, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, SC, Brasil.

<sup>c</sup> CMEMS – UMinho, Universidade do Minho, Guimarães, Portugal.

### INFORMAÇÃO SOBRE O ARTIGO

#### Historial do artigo:

Recebido a 17 de Fevereiro de 2017

Aceite a 3 de Novembro de 2017

On-line a 16 de Novembro de 2017

#### Palavras-chave:

Agregado de trióxido mineral

Cimento Portland

MTA

Óxido de bismuto

Óxido de zircónio

### R E S U M O

**Objetivo:** Este estudo teve por objetivo avaliar o efeito de dois radiopacificadores [Óxido de Bismuto ( $\text{Bi}_2\text{O}_3$ ) e Óxido de Zircónio ( $\text{ZrO}_2$ )] na solubilidade e desintegração do MTA e do cimento Portland.

**Métodos:** Foram produzidas amostras dos cimentos em estudo com 4 mm de espessura e 12 mm de diâmetro ( $n=6$ ), recorrendo a anéis de Teflon. Foram estabelecidos os seguintes grupos experimentais: Portland+ $\text{ZrO}_2$ ; Portland+ $\text{Bi}_2\text{O}_3$ ; MTA+ $\text{ZrO}_2$  e MTA+ $\text{Bi}_2\text{O}_3$ . Após a presa dos cimentos, as amostras foram pesadas ( $P_{H0}$ ), e depois de 24 horas em dessecador foram pesadas novamente ( $P_{D0}$ ). Em seguida, as amostras foram imersas em água destilada por 7 e 28 dias. Decorridos os períodos experimentais, os mesmos procedimentos foram realizados obtendo novos pesos ( $P_{H7d}$ ,  $P_{D7d}$ ,  $P_{H28d}$  e  $P_{D28d}$ ). A solubilidade e desintegração dos cimentos corresponderam à perda de massa relativa ao peso de cada amostra, em comparação ao peso original (%). Os testes de ANOVA (dois fatores), para cada período experimental, e Tukey HSD foram realizados para determinar diferença significativa entre os grupos ( $\alpha=5\%$ ).

**Resultados:** Ambos os cimentos com  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ , hidratados ou desidratados, apresentaram solubilidade nos períodos avaliados, exceto para o período de 28 dias ( $p < 0,05$ ). MTA com  $\text{ZrO}_2$  só não foi solúvel quando desidratado, e aos 28 dias. O cimento Portland com  $\text{ZrO}_2$  foi solúvel somente quando avaliado desidratado. Os cimentos acrescidos de  $\text{ZrO}_2$  apresentaram menor solubilidade.

**Conclusões:** Os diferentes radiopacificadores ( $\text{Bi}_2\text{O}_3$  e  $\text{ZrO}_2$ ) tem efeito sobre a solubilidade dos cimentos Portland e MTA, porém, este efeito mostrou ser dependente do tempo. (Rev Port Estomatol Med Dent Cir Maxilofac. 2017;58(3):181-187)

© 2017 Sociedade Portuguesa de Estomatologia e Medicina Dentária.

Publicado por SPEMD. Este é um artigo Open Access sob uma licença CC BY-NC-ND

(<http://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/>).

\* Autor correspondente.

Correio eletrónico: [dr.lucas.garcia@gmail.com](mailto:dr.lucas.garcia@gmail.com) (Lucas da Fonseca Roberti Garcia).

<http://doi.org/10.24873/j.rpemd.2017.11.026>

1646-2890/© 2017 Sociedade Portuguesa de Estomatologia e Medicina Dentária. Published by SPEMD.

This is an open access article under the CC BY-NC-ND license (<http://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/>).

## Solubility and disintegration of cements based on mineral aggregates containing different radiopacifiers

### A B S T R A C T

#### Keywords:

Mineral trioxide aggregate  
Portland cement  
MTA  
Bismuth oxide  
Zirconium oxide

**Objective:** The aim of this study was to evaluate the effect of two radiopacifiers [bismuth oxide ( $\text{Bi}_2\text{O}_3$ ) and zirconium oxide ( $\text{ZrO}_2$ )] on the solubility and disintegration of MTA and Portland cements.

**Methods:** Cement-filled samples with 4-mm thickness and 12-mm diameter were produced ( $n=6$ ) using Teflon rings. The following experimental groups were established: Portland+ $\text{ZrO}_2$ ; Portland+ $\text{Bi}_2\text{O}_3$ ; MTA+ $\text{ZrO}_2$  and MTA+ $\text{Bi}_2\text{O}_3$ . The samples were weighed after cement setting ( $P_{H0}$ ) and after 24 hours in a desiccator ( $P_{D0}$ ). Then, the samples were immersed in deionized water for 7 and 28 days. After the immersion periods, the same procedures were performed for obtaining new weight measurements ( $P_{H7d}$ ,  $P_{D7d}$ ,  $P_{H28d}$  and  $P_{D28d}$ ). The solubility and disintegration of the cements corresponded to the mass loss of each sample, in comparison with the original weight (%). The statistical analysis was performed using the two-way ANOVA for each experimental period and the Tukey's HSD test to determine significant differences among groups ( $\alpha=5\%$ ).

**Results:** Both cements containing  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ , either hydrated or dehydrated, presented solubility, except after 28-days storage ( $p < 0.05$ ). The MTA cement with  $\text{ZrO}_2$  was not soluble only when dehydrated and after the 28-days period. The Portland cement with  $\text{ZrO}_2$  was soluble only when dehydrated. Cements containing  $\text{ZrO}_2$  had lower solubility.

**Conclusions:** The different radiopacifiers ( $\text{Bi}_2\text{O}_3$  and  $\text{ZrO}_2$ ) affected the solubility of Portland and MTA cements; however, this effect was time-dependent. (Rev Port Estomatol Med Dent Cir Maxilofac. 2017;58(3):181-187)

© 2017 Sociedade Portuguesa de Estomatologia e Medicina Dentária.

Published by SPEMD. This is an open access article under the CC BY-NC-ND license (<http://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/>).

## Introdução

O agregado de trióxido mineral (Mineral Trioxide Aggregate – MTA) é um dos biomateriais mais pesquisados na Endodontia.<sup>1-5</sup> Possui uma ampla variedade de aplicações clínicas, destacando-se o selamento de perfurações e o preenchimento de cavidades retrógradas em cirurgias parodontodônticas<sup>1,3</sup> devido à sua capacidade seladora,<sup>1</sup> e por estimular a deposição de tecido mineralizado reparador.<sup>6-8</sup>

O MTA atualmente apresenta duas versões comerciais distintas, sendo uma de cor cinza e outra de cor branca.<sup>9</sup> Ambas as versões do cimento são constituídas basicamente por 75% de cimento Portland, 5% de sulfato de cálcio di-hidratado e 20% de óxido de bismuto ( $\text{Bi}_2\text{O}_3$ ), responsável por conferir radiopacidade ao cimento.<sup>10</sup>

A diferença de cor entre os dois cimentos ocorre devido à menor percentagem de trióxido de ferro na versão branca, quase quatro vezes menor do que na versão cinza.<sup>9</sup> Outra diferença seria a ausência do sulfato de cálcio di-hidratado na versão branca, composto responsável pelo retardamento do tempo de presa do cimento Portland.<sup>11</sup>

Atualmente, o cimento Portland purificado tem sido avaliado como alternativa viável ao MTA, devido ao seu baixo custo e ampla disponibilidade comercial,<sup>12</sup> além de ser biocompatível e bioativo, comprovando o seu potencial como material endodôntico selador.<sup>4,5,13</sup> Entretanto, o cimento Portland puro

não contém radiopacificador, característica importante para distinguir o material das estruturas anatómicas adjacentes, como osso e tecidos dentários.<sup>10,14</sup> Por este motivo, em diversos estudos o  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  tem sido adicionado ao cimento Portland na proporção de 20% (em massa), como no MTA, para conferir radiopacidade ao cimento.<sup>11,15</sup>

Apesar da excelente radiopacidade conferida ao MTA,<sup>10</sup> sabe-se que o  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  não participa da reação de presa do cimento, apresentando-se somente como material de preenchimento.<sup>16,17</sup> Além disso, tal composto tem sido relacionado ao aumento de porosidade em agregados minerais, fato que pode implicar numa maior solubilidade e degradação do cimento.<sup>18</sup> Outros estudos também já comprovaram que o  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  inibe o crescimento celular,<sup>19</sup> aumentando a citotoxicidade do cimento sobre células pulpareas humanas.<sup>20</sup>

Desta forma, novos radiopacificadores são constantemente propostos para cimentos à base de agregados minerais, como iodoformio,<sup>5</sup> sulfato de bário,<sup>15</sup> óxido de titânio,<sup>17</sup> óxido de nióbio,<sup>21</sup> e óxido de zircônio ( $\text{ZrO}_2$ ).<sup>10,21</sup> O  $\text{ZrO}_2$  já é empregado com frequência nas áreas de Prótese e Implantodontia, apresentando boa tolerância tecidual e baixa citotoxicidade.<sup>22</sup> Assim, acredita-se que o  $\text{ZrO}_2$  pode ser utilizado como radiopacificador para o MTA e cimento Portland, funcionando como alternativa ao  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ .

O objetivo deste estudo foi avaliar o efeito dos radiopacificadores  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  e  $\text{ZrO}_2$  na solubilidade e desintegração do cimen-

to MTA e do cimento Portland, em função do tempo de imersão das amostras. A hipótese nula testada foi a de que os diferentes radiopacificadores não afetariam o desempenho dos cimentos quanto a esta propriedade físico-química.

## Materiais e métodos

Os cimentos utilizados neste estudo, e suas respectivas proporções cimento/radiopacificador estão apresentadas na Tabela 1.

Inicialmente, um cálculo amostral foi realizado para determinar o número mínimo necessário de repetições por grupos experimentais para determinar diferença significativa de 5% entre eles (nível de significância). Para confecção dos provetes foram utilizados anéis de Teflon ( $n=6$ ), medindo 4 mm de espessura e 12 mm de diâmetro interno, seguindo metodologias previamente descritas.<sup>23,24</sup> Inicialmente, foi realizada em cada anel de Teflon uma perfuração com broca carbide N.º 2 acoplada em alta rotação, para posterior colocação de um fio de nylon. Os cimentos foram então manipulados de acordo com as orientações dos fabricantes, sendo utilizada a proporção pó/líquido de 1:1 (uma dose de pó para uma gota de água destilada). Depois do preenchimento dos anéis com os diferentes cimentos, os conjuntos (amostras) foram levados à estufa a 37°C e umidade relativa de 95%. Decorrido o período igual a três vezes o tempo de presa de cada cimento, as amostras foram retiradas da estufa, e um fio de nylon foi amarrado junto à perfuração realizada anteriormente no anel de teflon.<sup>24</sup> Em seguida, as amostras foram pesadas ( $P_{H0}$ ) em balança de precisão analítica (AND modelo GR-202, Tóquio, Japão), e acondicionadas em dessecador com sílica. Após 24 horas, foram submetidas a nova pesagem ( $P_{D0}$ ).

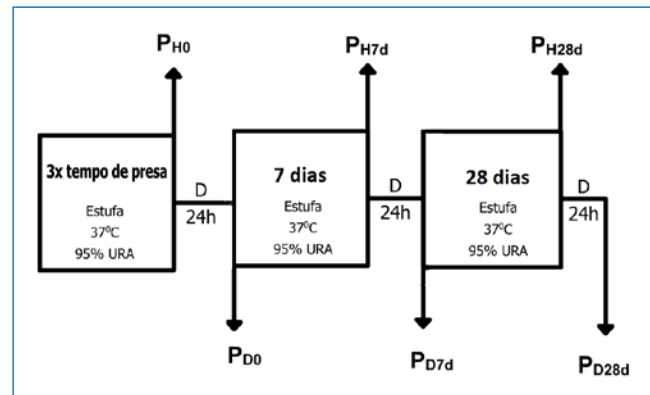
Após esta fase, cada amostra foi suspensa pelo fio de nylon, e acondicionada no interior de um recipiente plástico contendo 50 mL de água destilada, tomando-se cuidado para que as amostras não tocassem as paredes internas do recipiente. Em seguida, cada recipiente foi colocado em estufa a 37°C. Após 7 dias, as amostras foram removidas da água, pesadas como descrito anteriormente ( $P_{H7d}$ ), e depois de 24 horas em dessecador com sílica, foram pesadas novamente ( $P_{D7d}$ ). As amostras foram então colocadas num novo recipiente plástico com nova quantidade de água destilada (50 mL), e permaneceram 28 dias na estufa. Os mesmos procedimentos de pesagem foram realizados no fim desse período, fornecendo as massas das amostras ( $P_{H28d}$  e  $P_{D28d}$ ) (Figura 1).

**Tabela 1. Cimentos utilizados no estudo.**

Cimento	Sigla	Fabricante
Portland branco não estrutural (0,8 g) + ZrO <sub>2</sub> (0,2 g)	CPB(OZ)	Argamassa Mar Paulista,
Portland branco não estrutural (0,8 g) + Bi <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (0,2 g)	CPB(OB)	São Paulo, SP, Brasil*
MTA branco (0,8 g) + ZrO <sub>2</sub> (0,2 g)	MTA(OZ)	Ângelus, Londrina, PR, Brasil**
MTA branco (0,8 g) + Bi <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (0,2 g)	MTA(OB)	

\* O cimento Portland originalmente não contém radiopacificador.

\*\* O cimento MTA foi gentilmente cedido pelo fabricante sem radiopacificador.



**Figura 1. Representação esquemática da sequência de pesagem das amostras nos diferentes períodos experimentais.  $P_{H0}$  = peso inicial da amostra hidratada decorridos 3x o tempo de presa;  $P_{D0}$  = peso inicial da amostra desidratada decorridos 3x o tempo de presa,  $P_{H7d}$  = peso da amostra decorridos 7 dias de hidratação;  $P_{D7d}$  = peso da amostra desidratada decorridos 7 dias de hidratação;  $P_{H28d}$  = peso da amostra decorridos 28 dias de hidratação;  $P_{D28d}$  = peso da amostra desidratada decorridos 28 dias de hidratação; URA = umidade relativa do ar; D = dessecador.**

A solubilidade e desintegração dos cimentos foram determinadas a partir da perda de massa de cada amostra (mg) no período final de análise, em comparação com a massa original. Os valores foram então expressos em percentagem (%). Os resultados obtidos foram submetidos ao teste de Shapiro-Wilk para verificar se apresentavam distribuição normal, depois ao teste t-student para dados pareados para analisar cada grupo. Para analisar possíveis diferenças estatísticas entre os grupos, em cada período, foram empregados os testes de ANOVA para dois fatores de variação, e Tukey HSD, com nível de significância de 5%. O programa PSS 19 (SPSS Inc., Chicago, IL, EUA) foi utilizado para realização dos testes estatísticos.

## Resultados

Em nenhum dos períodos experimentais foram observadas partículas dos cimentos no fundo dos recipientes, ou em suspensão no solvente. O solvente também não se tornou turvo com o passar dos períodos, demonstrando que não houve desintegração das amostras dos cimentos. No entanto, a pesagem das amostras demonstrou que houve solubilização dos cimentos durante os períodos de análise.

Para análise da solubilidade, os 144 valores de peso dos dois cimentos com diferentes radiopacificadores foram avaliados separadamente (hidratados e desidratados) nos dois períodos experimentais (7 e 28 dias). Todos os grupos que apresentaram perda de massa, ou seja, solubilidade em meio aquoso, apresentaram índice de solubilização inferior a 3%, enquadrando-se nas recomendações da Especificação n.º 57 da American Dental Association (ANSI/ADA).<sup>25</sup>

A Tabela 2 apresenta a estatística descritiva do percentual de solubilidade das amostras hidratadas. Na Tabela 3 pode-se identificar as diferenças observadas entre os diferentes gru-

**Tabela 2. Tamanho da amostra (n), média, desvio-padrão (DP), erro-padrão (EP), valores mínimo e máximo da variação de peso das amostras hidratadas (%).**

Período	Grupo	n	Média	DP	EP	Mínimo	Máximo
7 dias	CPB(OZ)	6	0,56	0,38	0,16	0,18	1,28
	MTA(OZ)	6	-0,70	0,15	0,06	-0,99	-0,56
	MTA(OB)	6	-1,13	0,70	0,29	-2,00	-0,07
	CPB(OB)	6	-0,11	0,13	0,05	-0,25	0,06
28 dias	CPB(OZ)	6	1,45	0,51	0,21	0,93	2,32
	MTA(OZ)	6	-0,83	0,58	0,24	-1,75	-0,37
	MTA(OB)	6	-1,82	1,45	0,59	-0,83	0,44
	CPB(OB)	6	3,82	8,04	3,28	-6,46	13,23

**Tabela 3. Valores médios (%) e desvio-padrão (±) dos testes estatísticos comparando a solubilidade após 7 e 28 dias de armazenamento das amostras hidratadas.**

Grupos	Período		p-valor (t-student)
	7 dias	28 dias	
CPB(OZ)	0,56±0,38 <sup>C,a*</sup>	1,45±0,51 <sup>A,b</sup>	<0,001
MTA(OZ)	-0,70±0,15 <sup>AB,a</sup>	-0,83±0,58 <sup>A,a</sup>	0,567
MTA(OB)	-1,13±0,70 <sup>A,a</sup>	-1,82±1,45 <sup>A,a</sup>	0,079
CPB(OB)	-0,11±0,13 <sup>B,a</sup>	3,82±8,04 <sup>A,a</sup>	0,287
<b>p-valor (ANOVA)</b>	<0,001	0,114	

\* Valores médios seguidos por letras maiúsculas iguais nas colunas (comparação entre grupos) e minúsculas nas linhas (comparação entre períodos), não diferem entre si segundo os testes de ANOVA (dois fatores) e Tukey HDS, ao nível de significância de 5%.

pos. Após o período de 7 dias, o grupo CPB(OZ) apresentou diferença estatisticamente significativa em comparação com os demais grupos ( $p < 0,05$ ). Tais grupos apresentaram percentagens de variação negativa, indicando que perderam peso durante o período de armazenamento. Neste mesmo período, os grupos MTA(OB) e CPB(OB) apresentaram diferença significativa ( $p < 0,05$ ). Já para a avaliação da solubilidade no período de 28 dias não houve diferença entre os grupos ( $p > 0,05$ ). Quando comparados os períodos, houve diferença significativa somente para o grupo CPB(OZ) ( $p < 0,05$ ).

A Tabela 4 apresenta a estatística descritiva do percentual de solubilidade das amostras desidratadas. Na Tabela 5 pode-se observar que após 7 dias, houve maior perda de massa para o grupo MTA(OB), com diferença significativa em relação aos

**Tabela 4. Tamanho da amostra (n), média, desvio-padrão (DP), erro-padrão (EP), valores mínimo e máximo da variação de peso das amostras desidratadas (%).**

Período	Grupo	n	Média	DP	EP	Mínimo	Máximo
7 dias	CPB(OZ)	6	-0,27	0,12	0,05	-0,44	-0,13
	MTA(OZ)	6	-0,94	0,12	0,05	-1,09	0,77
	MTA(OB)	6	-2,86	2,03	0,83	-4,76	0,56
	CPB(OB)	6	-0,90	0,25	0,10	-1,24	-0,56
28 dias	CPB(OZ)	6	-0,32	0,37	0,15	-0,84	0,19
	MTA(OZ)	6	3,62	4,63	1,89	-2,46	7,65
	MTA(OB)	6	3,09	5,55	2,23	-7,92	7,42
	CPB(OB)	6	3,59	8,25	3,37	-7,46	13,62

**Tabela 5. Valores médios (%) e desvio-padrão (±) dos testes estatísticos comparando a solubilidade após 7 e 28 dias de armazenamento das amostras desidratadas.**

Grupos	Período		p-valor (t-student)
	7 dias	28 dias	
CPB(OZ)	0,27±0,12 <sup>A,a*</sup>	-0,32±0,37 <sup>A,a</sup>	0,705
MTA(OZ)	-0,94±0,12 <sup>A,a</sup>	3,62±4,63 <sup>A,a</sup>	0,060
MTA(OB)	-2,86±2,03 <sup>B,a</sup>	3,09±5,55 <sup>A,b</sup>	0,040
CPB(OB)	-0,90±0,25 <sup>A,a</sup>	3,59±8,25 <sup>A,a</sup>	0,242
<b>p-valor (ANOVA)</b>	0,002	0,554	

\* Valores médios seguidos por letras maiúsculas iguais nas colunas (comparação entre grupos) e minúsculas nas linhas (comparação entre períodos), não diferem entre si segundo os testes de ANOVA (dois fatores) e Tukey HDS, ao nível de significância de 5%.

demais grupos ( $p < 0,05$ ). No período de 28 dias não houve diferença estatística entre os grupos ( $p > 0,05$ ). Quando avaliados os períodos, observou-se diferença significativa somente para o grupo MTA(OB) ( $p < 0,05$ ).

## Discussão

O objetivo deste estudo foi avaliar a solubilidade e desintegração de cimentos à base de agregados minerais acrescidos de diferentes radiopacificadores. Com base nos resultados obtidos, pode-se afirmar que a hipótese testada foi parcialmente aceita, uma vez que os cimentos apresentaram desempenho semelhante somente no período final de análise (28 dias), independente do radiopacificador utilizado.

Na presente pesquisa, o teste de solubilidade e desintegração foi realizado seguindo as normas da Especificação n.º 57 da ANSI/ADA.<sup>25</sup> Entretanto, algumas modificações na metodologia foram adotadas, de acordo com o sugerido pelos estudos de Bozeman *et al.*<sup>23</sup> e Bortoluzzi *et al.*<sup>24</sup> Neste caso, visando-se diminuir o volume de cimento, e aumentar sua retenção dentro da matriz, foram utilizados anéis de teflon com 12 mm de diâmetro interno e 4 mm de altura, diferentemente do que preconiza a Especificação n.º 57 da ANSI/ADA,<sup>25</sup> onde anéis de aço com 20mm de diâmetro interno e 1,5 mm de altura são utilizados para confecção das amostras. É importante enfatizar que a confecção de amostras de acordo com a Especificação n.º 57 da ANSI/ADA<sup>25</sup> muitas vezes pode inviabilizar a realização deste tipo de teste por razões de natureza econômica, já que grandes volumes de cimento precisam ser utilizados.

O formato e dimensão das amostras são fatores importantes para a realização destes testes, pois quanto maior a área de contato do material com o líquido, maior a possibilidade de dissolução do mesmo, causando maior solubilidade.<sup>26</sup> Entretanto, vale ressaltar que a solubilidade de um material é quantificada em função da diferença de peso da amostra antes e após o período de imersão, independentemente de seu tamanho.<sup>26</sup> Sendo assim, é possível a comparação de resultados entre estudos que utilizaram amostras de tamanhos diferentes, desde que seja realizada de forma cautelosa.<sup>26-28</sup>

Materiais submetidos ao teste de solubilidade e desintegração devem apresentar valores de solubilidade menores ou iguais a 3% para atender as exigências da Especificação n.º 57



da ANSI/ADA.<sup>25</sup> Por este motivo, no presente estudo foi utilizado um período experimental mais longo (28 dias) do que o recomendado pela ANSI/ADA, seguindo a metodologia adotada em estudos anteriores,<sup>28,29</sup> o que permitiu observar o comportamento dos cimentos com o decorrer dos períodos de análise.

Outra limitação do método recomendado pela ANSI/ADA<sup>25</sup> consiste no facto de se dar início ao teste somente após a presa final dos cimentos. Cimentos hidráulicos, como os testados no presente estudo, podem apresentar alterações em suas propriedades em função da umidade do meio na qual são empregados na prática clínica.<sup>4</sup> Durante o selamento de uma perfuração, de uma cirurgia paraendodôntica, ou de uma pulpotomia, o cimento é aplicado antes da sua presa final.<sup>30</sup> A presença de sangue nestas áreas pode contaminar o cimento ainda fresco, alterando as suas propriedades físico-químicas.<sup>30</sup> Por esta razão, os índices de solubilização observados clinicamente podem ser diferentes daqueles obtidos em testes laboratoriais.<sup>4</sup>

Devido aos efeitos negativos causados pelo  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ , novos compostos têm sido sugeridos como radiopacificadores alternativos para os cimentos à base de agregados minerais.<sup>17,31,32</sup> O  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  interfere nas taxas de hidratação destes cimentos durante a presa, comprometendo sua bioatividade, além de promover falhas em sua microestrutura,<sup>33</sup> afetando a estabilidade mecânica, e consequentemente, aumentando os índices de solubilidade e degradação dos cimentos.<sup>18,31</sup> Além disso, em um estudo recente,<sup>34</sup> foi demonstrado que o  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  presente na composição do MTA interage negativamente com o hipoclorito de sódio, provocando descoloração acentuada do tecido dentário. Por ser utilizado rotineiramente na prática endodôntica, o emprego de soluções de hipoclorito de sódio para irrigação canal durante o preparo biomecânico podem limitar a utilização do MTA quando esta se faz necessária.

Já foi demonstrado que a adição de  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  ao cimento Portland em uma proporção de 20% confere adequada radiopacidade ao cimento,<sup>15</sup> devido ao elevado número atômico do bismuto ( $Z=83$ ). Porém, um outro estudo<sup>31</sup> reportou que o  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  não atua na reação de presa dos cimentos Portland e MTA, aumentando significativamente a porosidade dos cimentos.

No presente estudo, foram utilizadas amostras do cimento MTA sem radiopacificador ( $\text{Bi}_2\text{O}_3$ ), gentilmente fornecidas pelo seu fabricante (Ângelus). Desta forma, foi possível adicionar o  $\text{ZrO}_2$  ao cimento, permitindo avaliar seu comportamento frente ao teste de solubilidade e desintegração utilizando um radiopacificador alternativo ao encontrado na sua forma convencional. Devido à semelhança na composição,<sup>3</sup> os estudos realizados até então utilizaram o cimento Portland, que não possui radiopacificador, para avaliar o efeito de diversos radiopacificadores nas propriedades físico-químicas e biológicas de cimentos à base de silicato de cálcio, como o MTA.<sup>21,24,31,32</sup> Assim, acredita-se que os resultados obtidos poderiam ser aplicados ao desempenho do MTA.<sup>21,24,31,32</sup> Entretanto, no presente estudo, o próprio MTA pode ser avaliado diretamente, uma vez que um radiopacificador alternativo pôde ser adicionado à sua formulação original.

As amostras foram pesadas antes de serem colocadas no dessecador com sílica, o que forneceu o valor da massa de água absorvida pelos cimentos ( $P_{H0}$ ,  $P_{H7d}$ ,  $P_{H28d}$ ). Desta forma,

foi possível detectar a capacidade dos cimentos em absorver água.<sup>24</sup> Durante a presa destes cimentos dois processos distintos ocorrem e competem entre si; a absorção de água pelos poros da massa formada e a sua dissolução.<sup>24</sup> Nas amostras hidratadas, observou-se que o grupo CPB(OZ) ganhou peso nos dois períodos experimentais, indicando uma taxa de hidratação deste cimento maior do que solubilização. Por outro lado, nos grupos MTA(OZ) e MTA(OB) observou-se a solubilização dos cimentos devido a perda de peso em ambos os períodos de análise. Já o grupo CPB(OB) perdeu peso aos 7 dias, e ganhou após 28 dias de imersão em água, demonstrando que a análise por longos períodos é válida devido à natureza hidráulica destes cimentos.<sup>28,29</sup> Nas amostras desidratadas, somente o grupo MTA(OB) apresentou comportamento diferente nos períodos experimentais, ou seja, perdeu peso no período inicial (solubilidade), e ganhou peso após 28 dias (hidratação), corroborando os achados anteriores.<sup>29</sup> Por outro lado, o grupo CPB(OZ) foi o único a perder peso no período final de análise, resultado este semelhante ao obtido num outro estudo<sup>35</sup> onde é relatada uma crescente solubilidade do cimento proporcionalmente ao aumento do teor de  $\text{ZrO}_2$  na sua composição.

Alguns autores<sup>36</sup> demonstraram que o  $\text{ZrO}_2$  provoca níveis de porosidade similares ao MTA convencional, que possui  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  na sua composição, demonstrando que ambos os radiopacificadores atuam de forma negativa sobre o cimento em relação a esta característica física. No entanto, num outro trabalho de pesquisa<sup>31</sup> foi demonstrado que o  $\text{ZrO}_2$  é inerte e não participa da reação de hidratação do cimento Portland. Por esta razão, a solubilidade deste cimento não era esperada no presente estudo. Já para o grupo MTA(OZ) observou-se menor perda de peso quando o  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  foi substituído pelo  $\text{ZrO}_2$ , indicando que este composto pode ser utilizado como radiopacificador na composição do cimento MTA.<sup>21</sup>

O  $\text{ZrO}_2$  é um composto bioinerte, apresenta adequadas resistência mecânica e à corrosão, além de ser biocompatível.<sup>22</sup> Diversos estudos *in vitro* e *in vivo* têm demonstrado sua bioatividade, citocompatibilidade e capacidade de osteointegração.<sup>37,38</sup> Num trabalho anterior<sup>15</sup> é reportado que o cimento Portland acrescido de 20% (em massa) de  $\text{ZrO}_2$ , mesma percentagem utilizada neste estudo, apresenta radiopacidade suficiente, estando em concordância com a Especificação n.º 57 da ANSI/ADA<sup>25</sup> e a norma ISO 6876.<sup>39</sup>

Devido às diversas críticas sobre o  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ , e aos resultados encontrados no presente estudo, pode-se afirmar que o  $\text{ZrO}_2$  se torna uma alternativa viável como radiopacificador de cimentos à base de agregados minerais, como MTA e Portland. Entretanto, estudos futuros ainda devem ser realizados para avaliar-se o efeito da interação deste radiopacificador sobre outras propriedades físico-químicas e mecânicas dos cimentos à base de agregados minerais.

---

## Conclusão

Todos os cimentos avaliados apresentaram índices de solubilização inferiores ao preconizado pela Especificação n.º 57 da ANSI/ADA. Os diferentes radiopacificadores testados têm efeito sobre a solubilidade dos cimentos, porém, este efeito é dependente do tempo.

## Responsabilidades éticas

**Proteção de pessoas e animais.** Os autores declaram que para esta investigação não se realizaram experiências em seres humanos e/ou animais.

**Confidencialidade dos dados.** Os autores declaram que não aparecem dados pessoais de pacientes neste artigo.

**Direito à privacidade e consentimento escrito.** Os autores declaram que não aparecem dados pessoais de pacientes neste artigo.

## Conflito de interesses

Os autores declaram não haver conflito de interesses.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Lee SJ, Monsef M, Torabinejad M. Sealing ability of a mineral trioxide aggregate for repair of lateral root perforations. *J Endod.* 1993;19:541-4.
- Koh ET, Torabinejad M, Pitt Ford TR, Brady K, McDonald F. Mineral trioxide aggregate stimulates a biological response in human osteoblasts. *J Biomed Mat Res.* 1997;37:432-9.
- Torabinejad M, Chivian N. Clinical applications of mineral trioxide aggregate. *J Endod.* 1999;25:197-205.
- Lee YL, Lee BS, Lin FH, Yun Lin a, Lan WH, Lin CP. Effects of physiological environments on the hydration behavior of mineral trioxide aggregate. *Biomaterials.* 2004;25:787-93.
- de Moraes CA, Bernardineli N, Garcia RB, Duarte MA, Guerisoli DM. Evaluation of tissue response to MTA and Portland cement with iodoform. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod.* 2006;102:417-21.
- Menezes R, Bramante CM, Letra A, Carvalho VGG, Garcia RB. Histologic evaluation of pulpotomies in dog using two types of mineral trioxide aggregate and regular and White Portland cements as wound dressings. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod.* 2004;98:376-9.
- Felippe WT, Felippe MCS, Rocha MJC. The effect of mineral trioxide aggregate on the apexification and periapical healing of teeth with incomplete root formation. *Int Endod J.* 2006;39:2-9.
- Sarkar NK, Caicedo R, Ritwik P, Moiseyeva R, Kawashima I. Physicochemical basis of the biologic properties of mineral trioxide aggregate. *J Endod.* 2005;31:97-100.
- Asgary S, Parirokh M, Eghbal MJ, Brink F. Chemical differences between white and gray mineral trioxide aggregate. *J Endod.* 2005;31:101-3.
- Aguilar FG, Garcia Lda F, Rossetto HL, Pardini LC, Pires-de-Souza Fde C. Radiopacity evaluation of calcium aluminate cement containing different radiopacifying agents. *J Endod.* 2011;37:67-71.
- Bortoluzzi EA, Broon NJ, Bramante CM, Garcia RB, Moraes IG, Bernardineli N. Sealing ability of MTA and radiopaque Portland cement with or without calcium chloride for root-end filling. *J Endod.* 2006;32:897-900.
- Kim EC, Lee BC, Chang HS, Lee W, Hong CU, Min KS. Evaluation of the radiopacity and cytotoxicity of Portland cements containing bismuth oxide. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod.* 2008;105:e54-7.
- Camilleri J, Montesin FE, Di Silvio L, Pitt Ford TR. The chemical constitution and biocompatibility of accelerated Portland cement for endodontic use. *Int Endod J.* 2005;38:834-42.
- Beyer-Olsen EM, Orstavik D. Radiopacity of root canal sealers. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol.* 1981;51:320-8.
- Bortoluzzi EA, Guerreiro-Tanomaru JM, Tanomaru-Filho M, Duarte MA. Radiographic effect of different radiopacifiers on a potential retrograde filling material. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod.* 2009;108:628-32.
- Camilleri J. Hydration mechanisms of mineral trioxide aggregate. *Int Endod J.* 2007;40:462-70.
- Camilleri J, Gandolfi MG. Evaluation of the radiopacity of calcium silicate cements containing different radiopacifiers. *Int Endod J.* 2010;43:21-30.
- Coomaraswamy KS, Lumley PJ, Hofmann MP. Effect of bismuth oxide radiopacifier content on the material properties of an endodontic Portland cement-based (MTA-like) system. *J Endod.* 2007;33:295-8.
- Camilleri J, Montesin FE, Papaioannou S, McDonald F, Pitt Ford TR. Cytomorphology of osteoblasts exposed to two commercial forms of mineral trioxide aggregate. *Int Endod J.* 2004;37:699-704.
- Min KS, Chang HS, Bae JM, Park SH, Hong CU, Kim EC. The induction of heme oxygenase-1 modulates bismuth oxide-induced cytotoxicity in human dental pulp cells. *J Endod.* 2007;33:1342-6.
- Viapiana R, Flumignan DL, Guerreiro-Tanomaru JM, Camilleri J, Tanomaru-Filho M. Physicochemical and mechanical properties of zirconium oxide and niobium oxide modified Portland cement-based experimental endodontic sealers. *Int Endod J.* 2014;47:437-48.
- Piconi C, Maccauro G. Zirconia as a ceramic biomaterial. *Biomaterials.* 1999;20:1-25.
- Bozeman TB, Lemon RR, Eleazer PD. Elemental analysis of crystal precipitate from gray and white MTA. *J Endod.* 2006;32:425-8.
- Bortoluzzi EA, Broon NJ, Bramante CM, Felipe WT, Tanomaru Filho M, Esberard RM. The influence of calcium chloride on the setting time, solubility, disintegration, and pH of mineral trioxide aggregate and white Portland cement with a radiopacifier. *J Endod.* 2009;35:550-4.
- American National Standard – American Dental Association. ANSI/ADA Specification N° 57. Endodontic Sealing Material. Chicago, IL: ANSI/ADA; 2000.
- Fridland M, Rosado R. Mineral trioxide aggregate (MTA) solubility and porosity with different water-to-powder ratios. *J Endod.* 2003;29:814-7.
- Chng HK, Islam I, Yap AU, Tong YW, Koh ET. Properties of a new root-end filling material. *J Endod.* 2005;31:665-8.
- Danesh G, Dammaschke T, Gerth HU, Zandbiglari T, Schafer E. A comparative study of selected properties of ProRoot mineral trioxide aggregate and two Portland cements. *Int Endod J.* 2006;39:213-9.
- Fridland M, Rosado R. MTA solubility: a long term study. *J Endod.* 2005;31:376-9.
- Holland R, Souza V, Murata SS, Nery MJ, Bernabé PFE, Otoboni Filho JA, Dezan Junior E. Healing process of dog dental pulp after pulpotomy and pulp covering with mineral trioxide aggregate or Portland cement. *Braz Dent J.* 2001;12:109-13.
- Camilleri J, Cutajar A, Mallia B. Hydration characteristics of zirconium oxide replaced Portland cement for use as a root-end filling material. *Dent Mater.* 2011;27:845-54.
- Guerreiro Tanomaru JM, Storto I, Da Silva GF, Bosso R, Costa BC, Bernardi MI, Tanomaru-Filho M. Radiopacity, pH and antimicrobial activity of Portland cement associated with micro- and nanoparticles of zirconium oxide and niobium oxide. *Dent Mater J.* 2014;33:466-70.

33. Garcia LF, Aguilar FG, Sabino MG, Rossetto HL, Pires-de-Souza FC. Mechanical and microstructural characterisation of new calcium aluminate cement (EndoBinder). *Adv Appl Ceram.* 2011;110:469-75.
34. Marciano MA, Duarte MA, Camilleri J. Dental discoloration caused by bismuth oxide in MTA in the presence of sodium hypochlorite. *Clin Oral Investig.* 2015;19:2201-9.
35. Cutajar A, Mallia B, Abela S, Camilleri J. Replacement of radiopacifier in mineral trioxide aggregate; characterization and determination of physical properties. *Dent Mater.* 2011;27:879-91.
36. Marciano MA, Duarte MA, Camilleri J. Calcium silicate-based sealers: Assessment of physicochemical properties, porosity and hydration. *Dent Mater.* 2016;32:e30-40.
37. Covacci V, Bruzzese N, Maccauro G, Andreassi C, Ricci GA, Piconi C, et al. In vitro evaluation of the mutagenic and carcinogenic power of high purity zirconia ceramic. *Biomaterials.* 1999;20:371-6.
38. Silva VV, Lameiras FS, Lobato ZI. Biological reactivity of zirconia- hydroxyapatite composites. *J Biomed Mater Res.* 2002;63:583-90.
39. International Standards Organization. Dental Root Canal Sealing Materials. BS EN ISO 6876-7.8;2001.