

## Caracterização de Cimentos Experimentais com Finalidade Endodôntica

A. M. X. Dantas<sup>1\*</sup>, W. J. B. Sousa<sup>1</sup>, E. D. C. Oliveira<sup>2</sup>, R. G. Carrodegua<sup>1</sup>, M. V. Lia Fook<sup>1</sup>.

<sup>1</sup> Universidade Federal de Campina Grande, Unidade Acadêmica de Engenharia de Materiais – CCT- Campina Grande, Brasil.

<sup>2</sup> Universidade Estadual da Paraíba, Departamento de Química, Campina Grande, Brasil.

(Recebido em 15/03/2017; revisado em 29/06/2017; aceito em 04/07/2017)  
(Todas as informações contidas neste artigo são de responsabilidade dos autores)

### Resumo:

O presente trabalho objetivou caracterizar os cimentos experimentais com finalidade endodôntica, usando como parâmetros comparativos o cimento MTA. Neste estudo foram utilizados dois cimentos endodônticos experimentais: um experimental a base de 95% de aluminato de tri-estrôncio e 5% de gesso (CE1) e outro a base de 50 % de  $\text{Sr}_3\text{Al}_2\text{O}_6$  e 50 % de cimento branco não estrutural (CE2). Os cimentos experimentais foram manipulados e caracterizados por microscopia eletrônica de varredura (MEV), acoplado ao modo EDS, difratômetro de raios-X (DRX) e Análise Termogravimétrica (TG). A partir dos resultados, verificou-se que as partículas dos materiais utilizados possuíam formatos e tamanhos variados, com elementos semelhantes e comportamento cristalino. Porém, o CE1 apresentou maior perda de massa. Os cimentos experimentais possuem semelhanças com o MTA, no entanto, mais ensaios são necessários para determinar propriedades comparativas com o material utilizado comercialmente.

**Palavras-chave:** Endodontia. Materiais Biocompatíveis. Materiais dentários.

### Abstract:

The present study aimed to characterize experimental endodontic cements using as comparative parameter MTA cement. Two experimental endodontic cements were assessed: one based on 95% tri-strontium aluminate and 5% gypsum (CE1) and another based on 50%  $\text{Sr}_3\text{Al}_2\text{O}_6$  and 50% non-structural white cement (CE2). Experimental cements were manipulated and characterized by scanning electron microscopy (SEM), coupled to EDS mode, X-ray diffractometer (XRD) and Thermogravimetric (TG) analysis. Data analysis demonstrated that the particles of the materials used presented varied shapes and sizes, with similar elements and crystalline behavior. However, CE1 presented increased mass loss. Experimental cements presents similarities to MTA, nevertheless, further studies are encourage to determinate comparative properties with the commercially material.

**Keywords:** Endodontics. Biocompatible Materials. Dental Materials.

## 1. Introdução

O tratamento endodôntico pode ser definido como a combinação de instrumentação mecânica do sistema de canais radiculares, seu desbridamento químico e preenchimento com um material inerte projetado para manter ou restaurar a saúde do tecido perirradicular [1]. O objetivo primário, de todo o procedimento, é eliminar os microorganismos e detritos patológicos do sistema de canais radiculares e prevenir sua reinfecção [2,3].

Assim, quando não se consegue êxito, mesmo diante da evolução técnico-científico nos tratamentos endodônticos convencionais, faz-se necessário o uso de biomateriais em algumas situações clínicas; como a presença de perfurações radiculares, calcificações e variações anatômicas severas [4].

Um biomaterial é definido como um material destinado a interface com sistemas biológicos para avaliar, tratar,

umentar ou substituir qualquer tecido, órgão ou função do corpo [5].

Desta forma, os cimentos utilizados no tratamento endodôntico foram criados com esta finalidade e devem possuir idealmente a capacidade de vedação entre o canal radicular e tecidos perirradiculares, ser não-tóxico, não carcinogênico, não genotóxico, biocompatível, insolúvel em tecidos fluidos, ter estabilidade dimensional e ser mais radiopaco que dentina e osso para permitir a visualização radiológica da qualidade do preenchimento do canal, para isso o cimento deve distinguir das estruturas anatômicas adjacentes. Outra propriedade importante desejada é a bioatividade de materiais obturadores, que está associado com a sua capacidade para desenvolver uma ligação estável com o tecido vivo por meio de deposição de hidroxiapatita [6-8].

Muitos materiais são usados para estes fins, porém, nenhum deles se encontra com os critérios de material ideal, estes incluem o amálgama, material restaurador Intermediário

\*Email: alana.mxd@hotmail.com (A. M. X. Dantas)

(IRM; Dentsply Caulk, Milford, DE), Super-EBA (Bosworth Co, Skokie, IL) e o agregado trióxido mineral (MTA), sendo os dois últimos os materiais mais utilizados na prática clínica [9,10].

Devido ao MTA possuir muitas propriedades exigidas de um cimento retrobturador, como capacidade de vedamento e biocompatibilidade, ganhou popularidade entre endodontistas. Porém, sua limitada resistência mecânica, dificuldade de manipulação para obter boa consistência, dificuldade de inserção, longo tempo de presa, possibilidade de descoloração dentinária e alto custo limitam sua utilização, sendo necessário o desenvolvimento de novos cimentos endodônticos como alternativa ao MTA. Assim, como o MTA é composto por uma mistura de cimento Portland (CP) somada ao sulfato de cálcio e óxido de bismuto, ambos apresentam capacidade de selamento periférico, obtendo resultados semelhantes quando utilizados em perfurações radiculares [11-16].

Porém, o CP possui radiopacidade insuficiente comparado ao MTA, assim a adição de diversos radiopacificadores tem sido estudada para dar radiopacidade ao CP e assim, poder ser utilizada com finalidade endodôntica. Normalmente o óxido de bismuto ( $\text{Bi}_2\text{O}_3$ ) é o material mais estudado para ser adicionado ao CP como um radiopacificador. Entretanto, o  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  tem aumentado o tempo de presa e reduzido a resistência a compressão do cimento, além de modificar negativamente outras propriedades [17-19].

O radiopacificador ideal deve ser inerte, não-tóxico e livre de contaminantes. A adição de agente radiopacificador deve ser suficiente para permitir sua visualização na radiografia sem comprometer outras propriedades. Os aluminatos de estrôncio são uma classe de materiais diferenciados entre si pela sua estequiometria, por exemplo:  $\text{SrAl}_{12}\text{O}_{19}$ ,  $\text{SrAl}_4\text{O}_7$ ,  $\text{Sr}_4\text{Al}_{14}\text{O}_{25}$ ,  $\text{SrAl}_2\text{O}_4$  e  $\text{Sr}_3\text{Al}_2\text{O}_6$ , organizadas de acordo com um aumento da razão molar de SrO para  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Estes materiais despertam interesse na ciência de materiais por causa de seu uso como pigmentos fotoluminescentes e termoluminescentes de longa duração [18, 20, 21].

Diante destas carências encontradas no MTA, faz-se necessário uma busca incessante por novos materiais que sejam capazes de superar as dificuldades dos materiais retrobturadores e reparadores já existentes no mercado e, com o avanço científico, conseguir a melhoria do tratamento endodôntico. Assim, o objetivo deste estudo foi caracterizar dois cimentos experimentais com finalidades endodônticas, usando como parâmetros comparativos o cimento MTA.

## 2. Material e Métodos

Para o desenvolvimento deste trabalho foram utilizados dois tipos de cimento, de acordo com a composição do pó. As composições e fabricantes dos cimentos utilizados estão dispostas na Tabela 1.

Tabela 1. Apresentação da composição e do fabricante dos cimentos estudados.

Cimentos	Composição	Fabricante
<b>Cimento Experimental 1 (CE1)</b>	95 % $\text{Sr}_3\text{Al}_2\text{O}_6$ ; 5 % de gesso; água destilada.	$\text{Sr}_3\text{Al}_2\text{O}_6$ sintético: ICV, CSIC, Madri, Espanha. Gesso Diamante – Orto: IGE, Araripina, PE, Brasil.
<b>Cimento Experimental 2 (CE2)</b>	50 % $\text{Sr}_3\text{Al}_2\text{O}_6$ ; 50 % cimento branco não estrutural; água destilada.	$\text{Sr}_3\text{Al}_2\text{O}_6$ sintético: ICV, CSIC, Madri, Espanha. Cimento Branco Nossa Massa, Brasil.

### 2.1. Caracterização dos cimentos

Os dois cimentos experimentais produzidos neste trabalho foram submetidos às seguintes técnicas de caracterizações: microscopia eletrônica de varredura (MEV) em um microscópio TM-1000 de marca Hitachi, análise química por espectroscopia de energia dispersiva de Raios X (EDS) no módulo acoplado ao mesmo microscópio; difração de raios x (DRX) em um difratômetro XRD-7000 Shimadzu e Análise Termogravimétrica (TG) em equipamento da marca Perkin Elmer modelo Pyris 1 TGA.

## 3. Resultados e Discussão

### 3.1. Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectroscopia por Energia Dispersiva de Raios X (EDS)

As micrografias do gesso, aluminato de tri-estrôncio, pó do cimento experimental 1 e cimento experimental 1 hidratado estão ilustradas nas Figuras 1a, 1b, 1c e 1d, respectivamente.

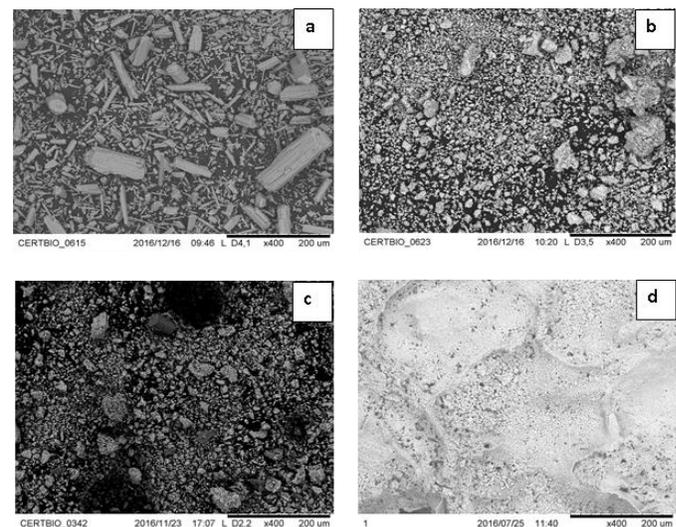


Figura 1. Micrografia eletrônica do a) gesso; b) aluminato de tri-estrôncio c) pó do cimento e d) cimento hidratado do CE 1.

A Figura 1a ilustra partículas do gesso com formas irregulares, com predominância cilíndrica e tamanho variado (entre 10 e 180µm). Na Figura 1b, o aluminato de tri-estrôncio possui partículas com formatos irregulares, com predominância esférica e tamanho variável menor que 5 e maior que 60µm. Observa-se na Figura 1c que houve dispersão das partículas do aluminato de tri-estrôncio com a presença de gesso em menor proporção, devido a composição de CE1, corroborando com os achados do cimento

experimental com sulfato de cálcio de Yun-Chan *et al.*, (2011). A Figura 1d demonstra que a hidratação dos componentes do CE1 possibilitou a formação da fase cimentícia, indicando sua cura, de acordo com os achados de Silva (2014).

A Tabela 2 ilustra o resultado de EDS de CE1, para um aumento de 2k.

Tabela 2. Identificação da composição química do CE1 hidratado, por Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS).

<i>Amostra</i>	<i>Estrôncio (%)</i>	<i>Oxigênio (%)</i>	<i>Alumínio (%)</i>	<i>Cálcio (%)</i>	<i>Carbono (%)</i>	<i>Molibdênio (%)</i>
<b>Gesso</b>	0	39,7	25	7	21,2	6,9
<b>Aluminato de tri-estrôncio</b>	15,7	50	9,7	0	24,6	0
<b>Cimento experimental 1</b>	16	75	7,55	1,5	0	0

Ao analisar a Tabela 2, confirma-se a presença do aluminato de tri-estrôncio ( $Sr_3Al_2O_6$ ) pela proporção a partir da relação atômica encontrada de  $Sr/Al \pm 1,61$ .

O cimento experimental 1 é composto de gesso e aluminato de tri-estrôncio, diferente do cimento experimental 2 que contém o cimento branco em maior proporção que o gesso do CE1 com o aluminato de tri-estrôncio. As micrografias do cimento branco, aluminato de tri-estrôncio, pó do cimento experimental 2 e cimento experimental 2 hidratado estão apresentadas nas Figuras 2a, 2b, 2c e 2d, respectivamente.

Ao analisar a micrografia apresentada na Figura 2a, observamos partículas de formatos irregulares e tamanhos variados (variam de 10 a 150µm). Na Figura 2b, o aluminato de tri-estrôncio possui partículas de formas variadas, com predominância esférica e tamanhos variando de 5 a 60µm. Observa-se na Figura 2c que houve dispersão homogênea das partículas do aluminato de tri-estrôncio com o cimento branco, sendo semelhante as encontradas no MTA [22]. Na Figura 2d após a hidratação e cura do cimento experimental 2 observa-se a formação de uma fase cimentícia de superfície quebradiça e rugosa com algumas partículas de menor tamanho aderidas a superfície das partículas maiores, semelhante a Silva (2014).

A Tabela 3 ilustra o resultado de EDS de CE2, para um aumento de 2k.

Ao analisar os dados da Tabela 3, confirma-se a presença do carbono no CE2, devido o cimento branco ser composto por sulfato de cálcio, silicato de cálcio e materiais carbonáticos, no qual está associado ao magnésio e o enxofre, formando provavelmente o sulfato de carbonato de magnésio.

Assim, a espectroscopia de energia dispersiva (EDS) revelou que os cimentos experimentais 1 e 2 consistiram de alguns elementos semelhantes ao MTA, como cálcio e alumínio (Tabela 2 e 3). No entanto, o MTA contém a mais que os cimentos experimentais, o bismuto, silício e magnésio. Enquanto os cimentos experimentais continham estrôncio, oxigênio e carbono diferente do MTA [22].

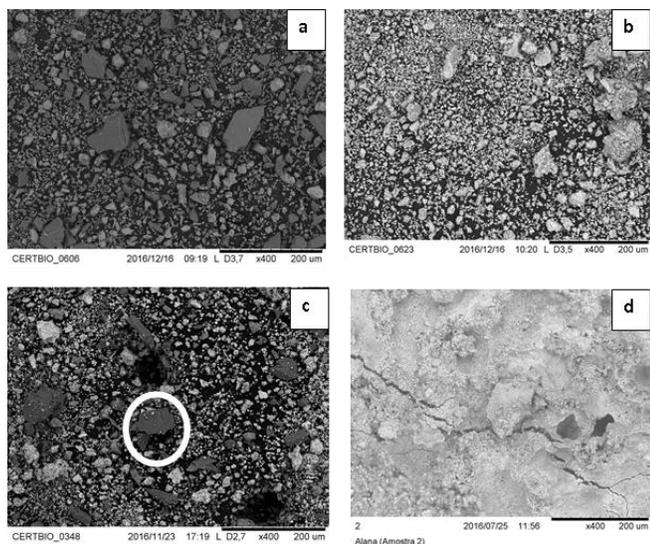


Figura 2. Micrografia eletrônica do: a) cimento branco; b) aluminato de tri-estrôncio c) pó do cimento e d) cimento hidratado do CE2.

Tabela 3. Identificação da composição química do CE2 hidratado, por Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS).

Amostra	Estrôncio (%)	Oxigênio (%)	Carbono (%)	Alumínio (%)	Cálcio (%)	Magnésio (%)	Silício (%)	Enxofre (%)
<b>Cimento branco</b>	0	46	5,9	0,8	37	5,9	3	1,5
<b>Aluminato de tri estrôncio</b>	15,7	50	24,6	9,70	0	0	0	0
<b>Cimento experimental 2</b>	12	58,5	22,3	5,8	1,4	0	0	0

### 3.2. Difração de Raios X

A Figura 3 apresenta o difratograma de raios-X do Aluminato de tri-estrôncio, gesso e cimento branco.

Os resultados obtidos pelos difratograma na Figura 3 do Aluminato de tri estrôncio apresentou comportamento de material cristalino com picos mais intensos em torno de 16°, 25°, 30°, 32°, 37°, 42°, 46° e 57°. Analisando os padrões de DRX, identificou-se a presença de duas fases cristalinas. Uma fase sendo o aluminato de tri estrôncio ( $Sr_3Al_2O_6$ ) com simetria cúbica e grupo espacial Pa-3 205, com ficha catalográfica nº 00-024-1187-ICSD. E a segunda fase o

Hidróxido duplo de alumínio estrôncio ( $Sr_3Al_2(OH)_{12}$ ) com simetria cúbica e grupo espacial Ia-3d 230, com ficha catalográfica nº 00-024-1186-ICSD, utilizando o programa General System Analyzer Structure (GSAS II), com o banco de dados Inorganic Crystal Structure Database (ICSD).

Os resultados obtidos pelos difratograma na Figura 3 do gesso apresentou comportamento de material cristalino com picos mais intensos em torno de 14°, 26°, 30°, 34° e 39°. Dos padrões de DRX foi possível identificar a presença das fases cristalinas de  $Ca(SO_4)(H_2O)_{0,5}$  com simetria hexagonal e grupo espacial P3121 152, com ficha catalográfica nº 01-081-1848-ICSD.

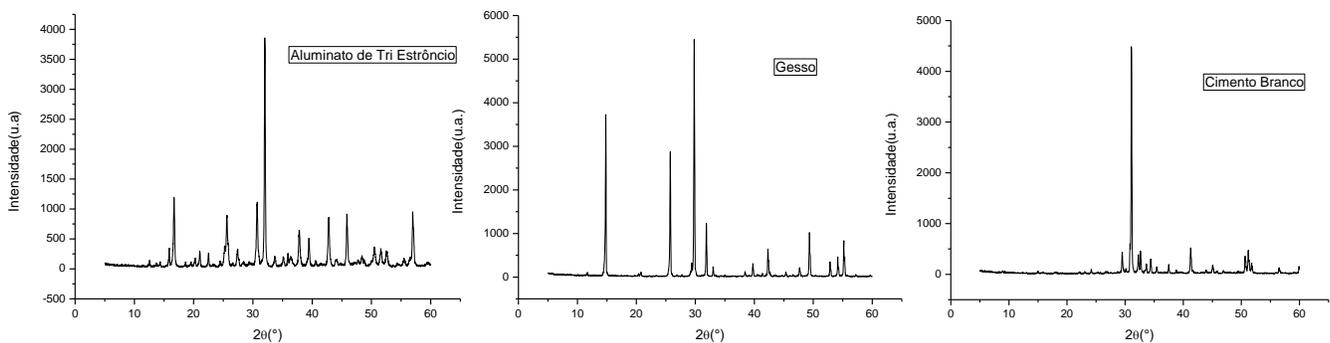


Figura 3. Difratograma de DRX do aluminato de tri estrôncio, gesso e cimento branco.

Os resultados obtidos pelos difratograma na Figura 3 do cimento branco apresentou comportamento de material cristalino com picos mais intensos em torno de 33° e 42°. Dos padrões de DRX foi possível identificar a presença da fase cristalina de Carbonato duplo de Magnésio e Cálcio ( $CaMg(CO_3)_2$ ) com simetria romboédrica e grupo espacial R-3 148, com ficha catalográfica nº 00-005-0622-ICSD.

Os difratogramas de raios X do cimento experimental 1 e 2 estão representados na Figura 4.

De acordo com o difratograma do CE1, verifica-se que o composto tem comportamento cristalino com picos intensos em torno de 26°, 38° e 44°. Quando comparado a matéria prima de origem verifica-se que o pico em torno de 26° reduziu quando comparado com o aluminato de tri estrôncio e o pico em torno de 38° intensificou com a mistura do gesso com o aluminato, os demais picos da matéria prima podem ter

sido suprimidos devido a hidratação do CE-1. Da mesma forma, o difratograma do CE2 apresenta comportamento cristalino e picos intensos na mesma região. Comparando os compostos verifica-se uma intensificação nos picos em torno de 29°, 31° e 50° do CE2 comparado ao CE1. Além de ocorrer um pequeno estreitamento no pico em torno de 44°, tornando-o mais cristalino.

Diferente das fichas encontradas nas matérias primas do presente estudo, devido os cimentos experimentais serem um produto novo e suas fichas cristalográficas não terem sido encontradas, no estudo de Garcia *et al.* (2011) o MTA exibiu picos para o silicato de cálcio, o mineral larnita e o aluminato de cálcio.

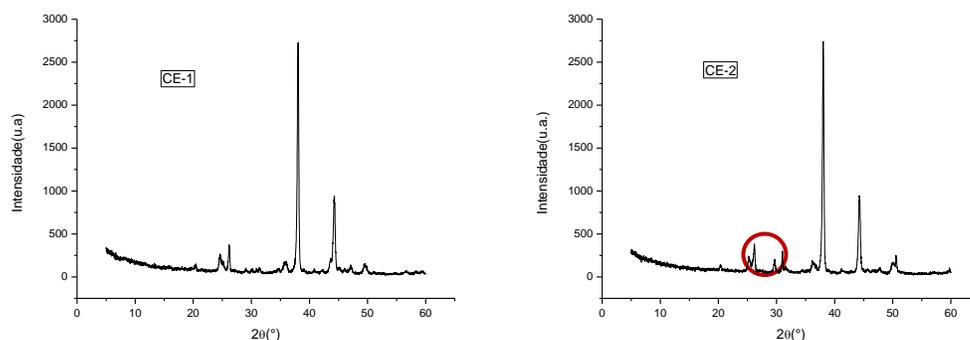


Figura 4. Análise de DRX dos cimentos experimentais 1 e 2.

### 3.3. Análise Termogravimétrica (TG/DTG)

A Figura 5 ilustra os resultados da TG/DTG para o cimento experimental 1.

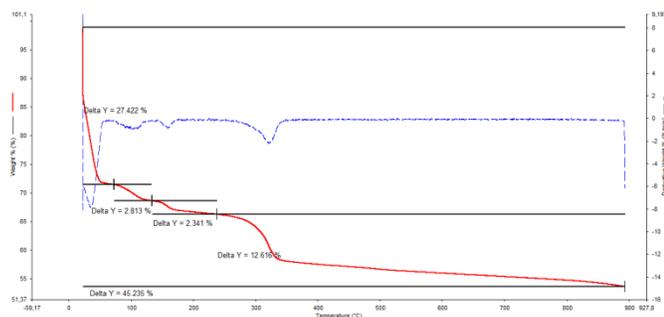


Figura 5. Curva termogravimétrica do cimento experimental 1.

A partir da análise dos termogramas, observa-se que a primeira etapa de perda de massa que ocorreu nas amostras entre 0° e 90°C, representa provavelmente a perda de água ainda existente na amostra. E uma segunda perda de massa a partir de 300°, provavelmente o início da decomposição do material. Os resultados de TG-DTA mostrados na Figura 5 revelam uma perda maior de peso na primeira curva termogravimétrica para o CE1, como visto em Petr Ptáček (2014), provavelmente devido a presença do gesso.

A Figura 6 ilustra os resultados da TG/DTG para o cimento experimental 2.

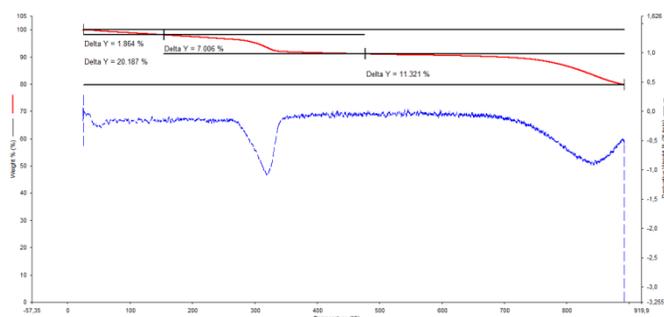


Figura 6. Curva termogravimétrica do cimento experimental 2.

Entretanto na Figura 6, a perda de massa do CE2 ocorreu em 3 etapas. A primeira etapa entre 25° e 80°C, representa provavelmente a perda de água na massa do cimento. Enquanto a segunda (270° a 330°C) e terceira etapa (700° a 900°C), representam o início da decomposição do material. Porém toda a massa não foi perdida, ficando 79,81% da massa, diferente do CE1 que perdeu 45,2% de sua massa.

### Conclusão

Diante dos resultados obtidos, e considerando a metodologia aplicada, podemos concluir que o cimento experimental 1 e 2, as partículas dos materiais utilizados possuem formatos e tamanhos variados e comportamento cristalino. Com alguns elementos semelhantes ao MTA, como o cálcio e o alumínio. Apesar dos estudos realizados, mais ensaios são necessários, para determinar propriedades comparativas com o material utilizado comercialmente.

### Referências

- [1] Ng, Y. L., Mann, V., Rahbaran, S., Lewsey, J., Gulabivala, K. Outcome of primary root canal treatment: systemic review of the literature—part 2. Influence of clinical factors. *Int Endod Journal*, (41), 6-31, 2008.
- [2] Ørstavik, D., Kerekes, K., Molven, O. Effects of extensive apical reaming and calcium hydroxide dressing on bacterial infection during treatment of apical periodontitis: a pilot study. *Int Endod Journal*, (24), 1–7, 1991.
- [3] Coldero, L. G., McHugh, S., MacKenzie, D., Saunders, W. P. Reduction in intracanal bacteria during root canal preparation with and without apical enlargement. *Int Endod J*, (35), 437–46, 2002.
- [4] Bramante, C. M., Berbert, A., Bernardineli, N. Retroinstrumentação e retroobturação. *RGO*, (40), 38-40, 1992.

- [5] Lee, K. Y., Mooney, D. J. Alginate: properties and biomedical applications. *Prog Polym Sci*, (37), 106-126, 2012.
- [6] Masoud Parirokh, D. M. D, Mahmoud Torabinejad, D. M. D. Mineral Trioxide Aggregate: A Comprehensive Literature Review—Part I: Chemical, Physical, and Antibacterial Properties. *JOE*, (36), 1, 2010.
- [7] Aguilar, F. G., Garcia, L. F. R., Rossetto, H. L., Pardini, L. C., Pires-de-Souza, F. C. P. Radiopacity Evaluation of Calcium Aluminate Cement Containing Different Radiopacifying Agents. *JOE*, (37), 1, 2011.
- [8] Czarnecka, B., Coleman, N. J., Shaw, H., Nicholson, J. W. The use of mineral trioxide aggregate on endodontics – Status report. *Dental and Medical Problems*, (45), 5-11, 2008.
- [9] Friedman, S. *Endod. Dent. Traumatol*, (7), 97–107, 1991.
- [10] Bodrumlu, E. *Aust. Endod. J.* (34), 30–35, 2008.
- [11] Kim, S., Kratchman, S. J. *Endod.* (9), 601–623, 2006.
- [12] Belobrov, I., Parashos, P. Treatment of Tooth Discoloration after the Use of White Mineral Trioxide Aggregate. *Journal of Endodontics*, (37), 7, 1017–1020, 2011.
- [13] Duarte, H., Minotti, P. G., Rodrigues, C. T., Zapata, R. O., Bramante, C. M., Tanomaru Filho, M., Vivan, R. R., Gomes de Moraes, I., Bombarda de Andrade, F. Effect of different radiopacifying agents on the physicochemical properties of white Portland cement and white mineral trioxide aggregate. *J Endod.*, (38), 3, 394-7, 2012.
- [14] Aguilar, F. G., Roberti Garcia, I. F., Panzeri Pires-de-Souza, F. C. Biocompatibility of new calcium aluminate cement (EndoBinder). *J Endod.*, v.38, p.367–71, 2012.
- [15] Juárez Broon, N., Bramante, C. M., Assis, G. F., Bortoluzzi, E. A., Bernardineli, N., Moraes, I. G. Healing of root perforations treated with mineral trioxide aggregate (MTA) and Portland cement. *J Appl Oral Sci.* (14), 5, 305-11, 2006.
- [16] De-Deus, G., Reis, C., Brandão, C., Fidel, S.; Fidel, R. A. S. The ability of Portland cement, MTA, and MTA Bio to prevent through-and-through fluid movement in repaired furcal perforations. *J Endod.*, (33), 11, 1374-7, 2007.
- [17] Camilleri, J., Cutajar, A., Mallia, B. Hydration characteristics of zirconium oxide replaced Portland cement for use as a root-end filling material. *Dental Materials*, (27), 845–854, 2011.
- [18] Camilleri, J., Gandolfi, M. G. Evaluation of the radiopacity of calcium silicate cements containing different radiopacifiers. *Int Endod J*, (43), 21–30, 2010.
- [19] Camilleri, J. The physical properties of accelerated Portland cement for endodontic use. *Int Endod J*, (41), 151–157, 2008.
- [20] Ye, X., Zhuang, W., Wang, J., Yuan, W., Qiao, Z. *Phase Equilib. Diffus.*, (28), 362, 2007.
- [21] Capron, M., Douy, A. J. *Am. Ceram. Soc.*, (85), 3036, 2002.
- [22] Yun-Chan, H., Do-Hee K., In-Nam, H., Sun-Ju, S., Yeong-Joon, P., Jeong-Tae, K., Ho-Hyun, S., Won-Mann, O. Chemical Constitution, Physical Properties, and Biocompatibility of Experimentally Manufactured Portland Cement. *JOE*, (37), 1, 2011.
- [23] Silva, M. A. M. Propriedades físico-químicas e biológicas de cimento experimental à base de Portland associada a diferentes radiopacificadores. [tese de doutorado]. Bauru: Faculdade de Odontologia de Bauru; 2014.
- [24] Ptáček, P., Šoukal, F., Opravil, T., Bartoníčková, E., Zmrzlý, M., Novotný, R. Synthesis, hydration and thermal stability of hydrates in strontium-aluminate cement. *Ceramics International*, (40), 9971–9979, 2014.