

Análise físico-química do MTA e do cimento Portland associado a quatro diferentes radiopacificadores

Physicochemical analysis of MTA and Portland cement associated with four different radiopacifiers

Bernardo Cesar COSTA^a, Celso Neiva CAMPOS^b, Marco Antono Hungaro DUARTE^c,
Maria das Graças Afonso Miranda CHAVES^b, Larissa Tercilia GRIZZO^c, Mario TANOMARU-FILHO^a

^aFaculdade de Odontologia, UNESP – Univ Estadual Paulista, Araraquara, SP, Brasil

^bFaculdade de Odontologia, UFJF – Universidade Federal de Juiz de Fora, Juiz de Fora, MG, Brasil

^cFaculdade de Odontologia, USP – Universidade de São Paulo, Bauru, SP, Brasil

Resumo

Introdução: O Mineral Trióxido Agregado (MTA) é composto por cimento Portland (CP) e um radiopacificador (óxido de bismuto). **Objetivo:** Avaliar tempo de presa, solubilidade, pH, liberação de íons Cálcio e radiopacidade do cimento Portland puro ou associado a quatro radiopacificadores (sulfato de bário, carbonato de bismuto, óxido de bismuto e iodofórmio), comparados ao MTA branco (Angelus, Londrina, Brasil). **Material e método:** A proporção empregada CP/radiopacificador foi de 4:1 em peso, (80% de cimento Portland e 20% de radiopacificador). A especificação 57 da ADA foi usada para avaliação do tempo de presa. A solubilidade foi analisada segundo a especificação ISO 6876/2001. A avaliação do pH foi realizada com peagâmetro digital e a liberação de íons Ca⁺⁺ foi verificada por meio de espectrofotômetro de absorção atômica. A radiopacidade foi determinada em milímetros de alumínio (mm/Al). Os resultados foram submetidos aos testes de Análise de Variância e Tukey, nível de significância 5%. **Resultado:** O sulfato de bário não alterou o tempo de presa final do CP. Radiopacidade inferior ao mínimo recomendado pelas normas da ADA nº 57 e ISO 6876/2001 foi observada para CP e CP associado com sulfato de bário. O CP associado ao iodofórmio apresentou solubilidade acima dos 3% recomendados pela ISO 6876/2001. Todos os materiais proporcionaram alcalinização do meio e promoveram liberação de íons cálcio. **Conclusão:** Carbonato de bismuto ou óxido de bismuto proporcionaram tempo de presa inicial, solubilidade, pH, liberação de íons Cálcio e radiopacidade adequados quando associados ao CP.

Descritores: Mineral trióxido agregado; obturação retrógrada; materiais retrobturadores.

Abstract

Introduction: Mineral Trioxide Aggregate (MTA) is composed of Portland cement (PC), and a radiopacifier (bismuth oxide). **Objective:** To evaluate the setting time, solubility, pH, calcium ion release and radiopacity of pure Portland cement and its association to four radiopacifiers, (Barium sulfate, bismuth carbonate, bismuth oxide and iodoform), and White MTA (Angelus, Londrina, Brazil). **Material and method:** The ratio CP/radiopacifier used was 4:1 by weight (80% Portland cement and 20% radiopacifier). The setting time was evaluated according the specification ADA 57. The solubility was analyzed according to ISO 6876/2001 specification. The pH was evaluated using a digital pHmeter and the release of Ca⁺⁺ ions by atomic absorption spectrophotometer. The radiopacity was measured in millimeters of aluminum (mm/Al). The results were submitted to ANOVA and Tukey tests using 5% of significance level. **Result:** Barium sulfate did not alter the final setting time of the PC. Observed radiopacity was less than the minimum recommended by ADA 57 and ISO 6876/2001 for CP and CP associated with barium sulfate. The PC associated with iodoform showed solubility above the 3% recommended by ISO 6876/2001. All materials provided alkalinization and promoted calcium ion release. **Conclusion:** Bismuth carbonate and bismuth oxide provided proper initial setting time, solubility, pH, calcium ion release and radiopacity when combined with CP.

Descriptors: Mineral trioxide aggregate; retrograde obturation; root-end filling materials.

INTRODUÇÃO

O MTA é composto em grande parte por cimento Portland CP¹ e demonstra ser o material mais indicado para selamento de comunicações entre a cavidade pulpar e o ligamento periodontal², favorecendo o reparo na região perirradicular³. Ainda, o MTA é indicado para apicificação de dentes com rizogênese incompleta^{4,5} e, em cirurgias parendodônticas, como material retrobturador⁶.

A similaridade entre MTA e CP é demonstrada quanto ao potencial de biomineralização⁷, à capacidade de selamento⁸, às pulpotomias⁸ e ao capeamento pulpar direto⁹. Contudo, o CP apresenta radiopacidade reduzida. O MTA apresenta o radiopacificador óxido de bismuto em sua composição, capaz de proporcionar radiopacidade adequada¹⁰. A radiopacidade de materiais odontológicos é importante para que material possa ser diferenciado das estruturas anatômicas adjacentes. Apesar de o MTA apresentar qualidades importantes, há desvantagens, como dificuldade de manuseio, alto custo, manchamento e tempo de presa elevado¹¹.

Diversas alternativas podem ser propostas com o intuito de proporcionar radiopacidade ao cimento Portland, como iodofórmio^{12,13}, sulfato de bário¹⁴, carbonato de bismuto e, também, o próprio óxido de bismuto em diferentes proporções^{15,16}. A opção pelo óxido de bismuto ocorre em função de seu alto peso molecular¹³. O iodofórmio é um material bastante difundido na Endodontia, principalmente como radiopacificador em pastas para medicação intracanal¹³. O sulfato de bário é outro material que merece ser mais investigado, sendo parte do cimento resinoso Enforce^{®17}, cimento resinoso utilizado na Odontologia. Já o carbonato de bismuto representa variável do óxido de bismuto^{14,18,19}, alterando, apenas, sua estrutura química.

No entanto, o óxido de bismuto, radiopacificador do MTA, mostrou resultados positivos para genotoxicidade em testes em cultura de células de mamíferos²⁰. Além disso, este radiopacificador pode interferir negativamente na porosidade e na resistência à compressão do cimento Portland²¹.

O radiopacificador utilizado em associação ao CP não deve interferir negativamente em propriedades importantes, como tempo de presa, solubilidade, pH e liberação de íons Cálcio. O objetivo deste estudo foi avaliar o comportamento do CP em específicas propriedades físico-químicas, quando associado aos radiopacificadores sulfato de bário, carbonato de bismuto, óxido de bismuto e iodofórmio.

MATERIAL E MÉTODO

Para a análise das propriedades, foram determinados os seguintes grupos experimentais (Tabela 1).

1. Radiopacidade

Para cada cimento, foram confeccionados dez corpos de prova com dimensões de 5 mm de diâmetro e 2 mm de espessura. Ainda, foram utilizados molares inferiores hígidos cedidos pelo Banco de Dentes da Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Juiz de Fora (FO-UFJF) seccionados longitudinalmente com espessura de 1 mm, utilizando um cortador de tecidos duros (Labcut 1010, Excet Corp. EUA) com disco diamantado.

Para realização das radiografias, foi utilizado o aparelho de raios X periapical Gendex Expert DC (Gendex, EUA) com 7 mA, 65 kVp e tempo de exposição de 0,1 s. A distância foco-filme usada foi constante (40 cm), padronizada por dispositivo que proporciona uma incidência perpendicular do feixe de radiação ao plano do sensor.

Sobre o sensor, foram posicionados os corpos de prova de cada cimento e de dentina, e uma escala de densidade de alumínio com espessuras variando de 1 mm a 11 mm. Foram obtidas três imagens de cada conjunto, arquivadas com resolução de 300 dpi, em formato TIFF. As densidades radiográficas das imagens digitais foram avaliadas por um único operador, por meio da ferramenta histograma do programa Adobe Photoshop[®] 8.0 (EUA). Neste *software*, foram obtidas as médias dos tons de

Tabela 1. Grupos experimentais, materiais e proporções utilizadas

Grupo	Material	Fabricante e proporção
1	CP*	Votoran, Votorantim, SP, Brasil Proporção: 1 g: 0,30ml
2	CP* + 20% Sulfato de Bário (SB)**	SP Labor, Campinas, SP, Brasil Proporção: 1 g: 0,30 mL
3	CP* + 20% Carbonato de Bismuto (CB)***	SP Labor, Campinas, SP, Brasil Proporção: 1 g: 0,30 ml
4	CP* + 20% Óxido de Bismuto (OB)****	SP Labor, Campinas, SP, Brasil Proporção: 1 g: 0,30 ml
5	CP* + 20% Iodofórmio (I) *****	Biodinâmica, Ibiporã, Paraná, Basil Proporção: 1 g: 0,30 ml
6	MTA Branco*****	MTA, Angelus, Londrina, Brasil Proporção: segundo fabricante

*Cimento Portland cinza CP-II-E-32, Votoran, Votorantim, SP, Brasil; **Sulfato de Bário, SP Labor, Campinas, SP, Brasil; ***Carbonato de Bismuto, SP Labor, Campinas, SP, Brasil; ****Óxido de Bismuto, SP Labor, Campinas, SP, Brasil; *****Iodofórmio, Biodinâmica, Ibiporã, Paraná, Brasil; *****MTA Branco, MTA, Angelus, Londrina, Brasil.

cinza para todos os degraus da escala de alumínio, para os corpos de prova dos materiais estudados e para o esmalte e dentina do dente seccionado. Não foi realizada nenhuma alteração no brilho e/ou contraste das imagens²².

2. O pH e a liberação de íons cálcio

Para a análise do pH e da liberação de íons cálcio, foram utilizados tubos de PVC de 8 mm de comprimento por 1 mm de diâmetro. Os cimentos foram inseridos no interior dos tubos com o auxílio de calcadores do tipo Paiva. Foram preparados cinco espécimes para cada grupo. Após o preenchimento, os espécimes foram imediatamente imersos em frascos plásticos, contendo 15 mL de água MilliQ, que foram vedados e mantidos em estufa a 37 °C. As avaliações do pH foram realizadas nos períodos de três horas, 72 horas e 168 horas. Em relação aos íons cálcio, os períodos de avaliação foram de três horas, 24 horas, 72 horas e 168 horas. A cada período, os espécimes foram, cuidadosamente, retirados dos frascos e imersos em um novo tubo com o mesmo volume de água MilliQ. A determinação do pH foi realizada por meio de um peagâmetro Ultrabasic (Denver Instrument Company, Arvada, Colorado, USA) previamente calibrado, após agitação da amostra e à temperatura de 25 °C. A água MilliQ foi empregada como controle, sendo medido seu pH em todos os períodos de análise.

Para a quantificação da liberação de íons Ca⁺⁺, foi empregado um espectrofotômetro de absorção atômica H1170 Hilger & Watts (Rank Precision Industries Ltda. Analytical Division, London, United Kingdom), equipado com uma lâmpada de cátodo oco específica para o cálcio.

Para prevenir possíveis interferências de metais alcalinos, foi preparada uma solução de lantânio, diluindo-se 9,8 g de cloreto de lantânio em 250 mL de solução ácida. Uma solução estoque de cálcio foi preparada, diluindo-se 2,4972 g de carbonato de cálcio em 50 mL de água MilliQ. A essa solução, foram adicionados, gota a gota, 10 mL de ácido clorídrico concentrado, sendo, posteriormente, diluídos em 1000 mL de água MilliQ. Após o preparo, 1,00 mL deste preparado corresponde a 1mg de cálcio. Com esta solução, prepararam-se as soluções padrões de cálcio, sendo estas: 50 mg/L, 25 mg/L, 12,5mg/L, 6,25 mg/L, 3,125 mg/L. Na leitura, os 8 mL dos padrões ou da água das amostras foram associados a 2 mL da solução de cloreto de lantânio. Para levar o aparelho a zero de absorbância, foi empregada a solução de ácido nítrico. Os cálculos da liberação foram efetuados por meio da equação da reta da curva padrão. A leitura da liberação de íons Ca⁺⁺ foi efetuada nos mesmos períodos utilizados para a leitura do pH.

3. Solubilidade

A solubilidade foi determinada seguindo a especificação ISO 6876/2001²³. Foram confeccionados cinco corpos de prova com 8 mm de diâmetro e 3 mm de altura, que permaneceram na estufa de cultura (502 marca Orion®, São Paulo, Brasil) a 37 °C, por três vezes o tempo de presa final dos materiais. No interior da massa do cimento, foi inserido um fio de náilon. Os corpos de prova tiveram suas massas mensuradas em balança analítica de

precisão HM-200 (A & D Engineering, Inc; Bradford, MA, EUA). Os espécimes foram mantidos em recipientes fechados contendo 50 mL de água MilliQ por um período de 24 horas, imersos na água sem tocar as paredes do recipiente. Decorrido o período, os corpos de prova foram removidos dos recipientes, lavados com água destilada, secos em papel filtro e levados ao desumidificador por 24 horas, e então, novamente, tiveram a massa mensurada. O valor da solubilidade foi determinado por meio da diferença da massa do corpo de prova antes e após a imersão em água.

4. Tempo de presa

A determinação do tempo de presa dos cimentos foi realizada de acordo com a especificação número 57 da ADA²³, em condições de temperatura e umidade controladas, 37 °C ± 1 °C e 95% ± 5%, respectivamente. Os cimentos, previamente espatulados, foram inseridos em anéis metálicos com 10 mm de diâmetro e 2 mm de altura. Foram confeccionados três corpos de prova para cada cimento. Decorridos dez minutos do início da espatulação, os espécimes foram submetidos à marcação com agulhas de Gilmore: inicialmente, com a agulha de 113,5 g para determinação da presa inicial, e posteriormente, com a agulha de 453,5 g, para a presa final. Foram registrados os tempos decorridos desde o início da espatulação até o momento em que não fosse mais possível visualizar qualquer tipo de marcação de cada agulha na superfície do espécime, representando, respectivamente, a presa inicial e final de cada cimento.

RESULTADO

1. Tempo de presa

A Tabela 2 apresenta a média e o desvio padrão dos tempos de presa inicial e final (em minutos) dos materiais avaliados neste trabalho.

A análise do tempo de presa inicial dos materiais mostrou que apenas houve diferenças estatísticas significantes ($p < 0,05$) quando comparados com o MTA, que apresentou o menor valor. Nas demais comparações, não houve diferenças estatísticas significantes ($p > 0,05$). Os resultados foram avaliados utilizando-se a análise de variância (ANOVA) seguida pelo teste de Tukey. O nível de significância foi fixado em 5% ($p < 0,05\%$),

Na análise do tempo de presa final, não houve diferenças estatísticas significantes ($p > 0,05$) nas comparações entre CP e CP+SB, CP+CB e CP+OB, CP+CB e CP+I, CP+OB e CP+I. Nas demais comparações, houve diferenças estatísticas significantes ($p < 0,05$) entre os outros grupos estudados.

1.1. Radiopacidade

A Tabela 3 apresenta as médias e os desvios padrão da radiopacidade em milímetro de Alumínio (mm/Al) dos materiais estudados.

Todos os materiais testados apresentaram radiopacidade acima do mínimo recomendado pelas normas da ADA nº 57 e da ISO 6876/2001, que é de 3 mm/Al, exceto o CP e o CP+SB.

Tabela 2. Médias e desvios padrão (DP) dos tempos de presa inicial e final, em minutos

	TEMPO DE PRESA INICIAL		TEMPO DE PRESA FINAL	
	MÉDIA	DP	MÉDIA	DP
CP	43,33 ^a	5,774	143,3 ^b	15,28
CP+SB	50,00 ^a	10,00	143,3 ^b	15,28
CP+CB	36,67 ^a	5,774	180,0 ^a	10,00
CP+OB	46,67 ^a	5,774	206,7 ^a	5,774
CP+I	46,67 ^a	5,774	193,3 ^a	5,774
MTA	10,00 ^b	0,01	33,33 ^c	5,774

Letras diferentes na mesma coluna indicam diferença significativa ($P < 0,05$).

Tabela 3. Médias e desvios padrão da radiopacidade em mm/Al dos cimentos analisados

Grupos	Média	Desvio-padrão
CP	1,040 ^e	0,1197
CP+SB	2,458 ^d	0,1704
CP+CB	4,111 ^{bc}	0,2546
CP+OB	4,440 ^{ab}	0,3226
CP+I	3,942 ^c	0,3309
MTA	4,712 ^a	0,2382

Letras diferentes na mesma coluna indicam diferença significativa ($P < 0,05$).

Entre CP+CB e CP+OB, CP+CB e CP+I, CP+OB e MTA, não houve diferença estatística significativa ($p > 0,05$). Na comparação entre os demais grupos, houve diferença significativa ($p < 0,05$) em relação a todos os outros grupos.

2. O pH

A Tabela 4 apresenta as médias e os desvios padrão do pH dos materiais estudados, em diferentes períodos avaliados.

O pH da água empregada no experimento foi de 6,71, sendo que todos os materiais proporcionaram alcalinização da água na qual foram imersos. A Tabela 4 apresenta os valores do pH nos períodos analisados.

Na comparação estatística entre os materiais, no período de três horas, foram constatadas diferenças significantes ($p < 0,05$) entre CP e CP+SB, e entre CP+SB e CP+I. Não foram constatadas diferenças estatísticas significantes ($p > 0,05$) entre os demais grupos.

Nas análises de 72 horas, não houve diferenças estatísticas significantes ($p > 0,05$) entre os materiais estudados.

No período de 168 horas, a análise estatística mostrou diferenças significantes na comparação entre CP e MTA, CP+SB e MTA, CP+OB e MTA, CP+I e MTA e entre CP+CB e MTA. Não foram constatadas diferenças significantes ($p > 0,05$) entre os demais grupos.

2.1. Liberação de íons cálcio

Na Tabela 5, podem-se observar as médias e os desvios padrão sobre a liberação de íons cálcio (em mg/L) dos materiais analisados, nos diferentes períodos de tempo.

Pela análise estatística, no período de três horas, verificou-se diferença significativa ($p < 0,05$) nas comparações entre CP e CP+SB, CP e CP+OB, e entre CP e MTA. Nas comparações entre os demais grupos, não foram constatadas diferenças significantes ($p > 0,05$).

Nos períodos de 24 e 72 horas, não foram constatadas diferenças estatísticas significantes ($p > 0,05$) nas comparações entre os materiais estudados.

No período de 168 horas, diferenças estatísticas significantes ($p < 0,05$) foram observadas na comparação entre CP e MTA, CP+SB e MTA, CP+OB e MTA, e entre CP+I e MTA. Entre os demais grupos, não foram constatadas diferenças significantes ($p > 0,05$).

2.2. Solubilidade

A Tabela 6 apresenta as médias e os desvios padrão da porcentagem de solubilidade dos cimentos estudados.

A maioria dos cimentos apresentou solubilidade abaixo do máximo recomendado pelas normas da ADA nº 57 e da ISO 6876/2001, que é de 3%, exceto o CP+I.

DISCUSSÃO

A diferença nos valores de radiopacidade observados para os materiais pode estar relacionada ao número atômico de seus componentes. Quanto mais alto o número atômico do elemento presente na composição do material, maior radiopacidade deve ser observada^{17,24}.

O acréscimo de alguns radiopacificadores diminuiu o tempo de presa do Cimento Portland, conforme observado por outros autores^{14,25}. O sulfato de bário e o óxido de bismuto aumentaram o tempo de presa provavelmente pela interferência na hidratação do material²⁶. Os valores obtidos para o cimento Portland puro – 43,33 minutos de presa inicial e 143,33 minutos de presa final – foram menores do que os observados por Duarte et al.¹⁸.

Tabela 4. Médias e desvios padrão do pH dos materiais nos diferentes períodos analisados

	3 horas		72 horas		168 horas	
	Média	DP	Média	DP	Média	DP
CP	10,74 ^{ab}	0,16	10,21 ^a	0,17	10,14 ^c	0,23
CP+SB	10,86 ^a	0,37	10,28 ^a	0,20	10,41 ^{ab}	0,17
CP+CB	10,58 ^{bc}	0,38	10,06 ^a	0,15	10,15 ^c	0,12
CP+OB	10,68 ^{acd}	0,21	10,10 ^a	0,14	10,21 ^c	0,19
CP+I	10,63 ^{bd}	0,20	10,02 ^a	0,17	10,22 ^{bc}	0,20
WMTA	10,52 ^{cd}	0,06	10,56 ^a	0,05	10,52 ^a	0,09

Letras diferentes na mesma coluna indicam diferença significativa ($P < 0,05$).

Tabela 5. Médias e desvios padrão da liberação de íons cálcio (em mg/L) dos materiais, nos diferentes períodos analisados

	3 horas		24 horas		72 horas		168 horas	
	Média	DP	Média	DP	Média	DP	Média	DP
CP	48.12 ^a	15.39	21.61 ^a	0.64	20.94 ^a	3.70	20.72 ^b	2.42
CP+SB	23.64 ^b	13.49	21.02 ^a	3.16	17.89 ^a	1.76	21.34 ^b	2.24
CP+CB	29.09 ^{ab}	15.27	22.23 ^a	0,84	18.10 ^a	1.65	21.87 ^{ab}	1.29
CP+OB	22.13 ^b	4.89	23.22 ^a	2.30	20.09 ^a	1.91	21.30 ^b	1.62
CP+I	30.80 ^{ab}	7.90	20.00 ^a	2.14	18.97 ^a	1.79	20.76 ^b	0.78
MTA	20.28 ^b	0.75	20.78 ^a	1.37	21.43 ^a	1.12	26.74 ^a	4.98

Letras diferentes na mesma coluna indicam diferença significativa ($P < 0,05$).

Tabela 6. Médias e desvios padrão da porcentagem de solubilidade dos cimentos analisados

Cimento	Média %	DP
CP	1,65 ^a	0,96
CP+SB	2,08 ^a	1,20
CP+CB	1,27 ^a	0,88
CP+OB	2,51 ^a	2,52
CP+I	3,38 ^a	1,50
WMTA	0,67 ^a	0,23

Letras diferentes na mesma coluna indicam diferença significativa ($P < 0,05$).

Essa discordância pode ser relacionada à diferença na proporção pó/líquido, uma vez que, no presente estudo, foi usado 1 g/0,3 mL, enquanto Duarte et al.¹⁸ utilizaram 1 g/0,40 mL, produzindo um tempo de presa mais longo.

O tempo de presa final do MTA (33,33 minutos) pode estar relacionado à ausência do sulfato de cálcio no MTA Angelus, em relação ao ProRoot MTA (Dentsply, Suíça). O MTA Angelus^{®27} não contém sulfato de cálcio, o que acarreta redução do tempo de presa final.

O cimento Portland puro e associado ao sulfato de bário não atendem à norma número 57 da ADA, que determina radiopacidade mínima de 3 mm de alumínio²⁸. Os valores de radiopacidade observados para o cimento Portland puro estão de acordo com estudos prévios^{13,18}. O MTA Angelus[®] branco

apresentou maior radiopacidade, com o valor de 4,71 mm de alumínio, em acordo com outros estudos^{24,29,30}. Considerando-se que a radiopacidade favorece a visualização do material na radiografia, a associação do cimento Portland a óxido de bismuto, iodofórmio e carbonato de bismuto apresentou resultados adequados.

No entanto, o radiopacificador empregado não deve interferir negativamente em propriedades do CP, como a liberação de íons cálcio e o pH alcalino, propriedades importantes e relacionadas ao processo de mineralização³¹ e à ação antimicrobiana³². Neste estudo, quando analisada a liberação de íons cálcio durante o período de três horas, os resultados mostraram que o cimento Portland puro atingiu os maiores valores. Observou-se que a associação que sofreu menor interferência dos radiopacificadores foi o grupo com iodofórmio. O iodofórmio é uma substância de fácil disponibilidade para o clínico, inofensivo à polpa dental e estável quando em cavidades¹³.

Alguns materiais podem promover maior liberação de íons cálcio no período inicial³³. Com exceção do Portland puro, que se manteve praticamente estável de 72 para 168 horas, houve um aumento gradual da liberação de íons cálcio no período de 168 horas em relação ao período anterior, provavelmente devido à maior permanência do material na água de Milliq. Embora todos os materiais tenham liberado cálcio, o acréscimo de radiopacificadores interferiu nesta propriedade após três horas da espaturação, pois todos os materiais que continham radiopacificador em sua composição, inclusive o MTA branco da Angelus[®], apresentaram uma capacidade inicial de liberar cálcio,

sendo esta menor quando comparada à capacidade do Portland cinza.

Na análise do pH, assim como na liberação de íons cálcio, houve uma similaridade de comportamento entre o cimento Portland puro e este associado ao iodofórmio. Esses dois materiais apresentaram um pico de liberação de íons hidroxila, elevando o pH nos períodos iniciais, especialmente no período de três horas. Posteriormente, houve queda gradual de seu pH, de maneira similar ao observado para a liberação de íons cálcio.

Na análise dos outros períodos, observou-se um aumento gradual do pH entre 72 e 168 horas. O pH alcalino inibe o sistema enzimático microbiano e a presença dos íons cálcio ativa a fosfatase alcalina, favorecendo o processo de mineralização³¹.

Quanto à solubilidade, esta pode ser importante, caso o material, por meio da alcalinização e da liberação de íons cálcio, estimular o processo de mineralização³¹. Porém, a solubilidade de um material deve seguir normas, uma vez que alta solubilização pode conduzir a espaços vazios, comprometendo o selamento obtido¹⁹.

No presente estudo, a associação do cimento Portland com o iodofórmio apresentou maior solubilidade, com valor médio de

3,41%. Embora acima das normas #30 e #57 da ADA e 6876 da ISO, este fato pode explicar a maior liberação de íons cálcio e o elevado pH observados para o material. Contudo, altos valores de solubilidade podem estar relacionados com infiltração marginal, comprometendo a sua efetividade clínica³⁴.

Os demais cimentos apresentaram valores de solubilidade entre 1,22% (para MTA branco da Angelus®) e 1,95% (para o Portland associado ao óxido de bismuto). É importante ressaltar que as normas para teste de solubilidade indicam a imersão dos materiais após a presa final dos mesmos, o que não ocorre nas condições clínicas. De modo geral, os resultados do presente estudo demonstram que as substâncias acrescentadas ao cimento Portland para promover radiopacidade podem interferir em propriedades físico-químicas do material.

CONCLUSÃO

Conclui-se que os radiopacificadores carbonato de bismuto e óxido de bismuto proporcionaram tempo de presa inicial, solubilidade, pH, liberação de íons cálcio e radiopacidade adequados quando associados ao CP.

REFERÊNCIAS

1. De-Deus G, Petruccelli V, Gurgel-Filho E, Coutinho-Filho T. MTA versus Portland cement as repair material for furcal perforations: a laboratory study using a polymicrobial leakage model. *Int Endod J.* 2006;39(4):293-8. PMID:16584492. <http://dx.doi.org/10.1111/j.1365-2591.2006.01096.x>
2. Torabinejad M, Watson TE, Pitt Ford TR. Sealing ability of a mineral trioxide aggregate when used as a root end filling material. *J Endod.* 1993;19(12):591-5. [http://dx.doi.org/10.1016/S0099-2399\(06\)80271-2](http://dx.doi.org/10.1016/S0099-2399(06)80271-2)
3. Torabinejad M, Chivian N. Clinical applications of mineral trioxide aggregate. *J Endod.* 1999;25(3):197-205. [http://dx.doi.org/10.1016/S0099-2399\(99\)80142-3](http://dx.doi.org/10.1016/S0099-2399(99)80142-3)
4. Felipe WT, Felipe MC, Rocha MJ. The effect of mineral trioxide aggregate on the apexification and periapical healing of teeth with incomplete root formation. *Int Endod J.* 2006;39(1):2-9. PMID:16409322. <http://dx.doi.org/10.1111/j.1365-2591.2005.01037.x>
5. Vanka A, Ravi KS, Shashikiran ND. Apexification with MTA using internal matrix: report of 2 cases. *J Clin Pediatr Dent.* 2010;34(3):197-200. PMID:20578654.
6. Torabinejad M, Rastegar AF, Kettering JD, Pitt Ford TR. Bacterial leakage of mineral trioxide aggregate as a root-end filling material. *J Endod.* 1995;21(3):109-12. [http://dx.doi.org/10.1016/S0099-2399\(06\)80433-4](http://dx.doi.org/10.1016/S0099-2399(06)80433-4)
7. Reyes-Carmona JF, Felipe MS, Felipe WT. Biomineralization ability and interaction of mineral trioxide aggregate and white portland cement with dentin in a phosphate-containing fluid. *J Endod.* 2009;35(5):731-6. PMID:19410094. <http://dx.doi.org/10.1016/j.joen.2009.02.011>
8. Menezes R, Bramante CM, Letra A, Carvalho VG, 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(3):376-9. PMID:15356480. <http://dx.doi.org/10.1016/j.tripleo.2004.03.008>
9. Menezes R, Bramante CM, Garcia RB, Letra A, Carvalho VG, Carneiro E, et al. Microscopic analysis of dog dental pulp after pulpotomy and pulp protection with mineral trioxide aggregate and white Portland cement. *J Appl Oral Sci.* 2004;12(2):104-7. PMID:21365130. <http://dx.doi.org/10.1590/S1678-77572004000200004>
10. Song JS, Mante FK, Romanow WJ, Kim S. Chemical analysis of powder and set forms of Portland cement, gray ProRoot MTA, white ProRoot MTA, and gray MTA-Angelus. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod.* 2006;102(6):809-15. PMID:17138186. <http://dx.doi.org/10.1016/j.tripleo.2005.11.034>
11. Parirokh M, Torabinejad M. Mineral trioxide aggregate: a comprehensive literature review--part III: clinical applications, drawbacks, and mechanism of action. *J Endod.* 2010;36(3):400-13. PMID:20171353. <http://dx.doi.org/10.1016/j.joen.2009.09.009>
12. de Moraes CA, Bernardineli N, Garcia RB, Duarte MA, Guerisoli DM. Evaluation of tissue response to MTA and Portland cement with iodofórmio. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod.* 2006;102(3):417-21. PMID:16920553. <http://dx.doi.org/10.1016/j.tripleo.2005.09.028>

13. 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(4):628-32. PMID:19699115. <http://dx.doi.org/10.1016/j.tripleo.2009.04.044>
14. Camilleri J. Evaluation of the physical properties of an endodontic Portland cement incorporating alternative radiopacifiers used as root-end filling material. *Int Endod J.* 2010;43(3):231-40. PMID:20158535. <http://dx.doi.org/10.1111/j.1365-2591.2009.01670.x>
15. Coutinho-Filho T, De-Deus G, Klein L, Manera G, Peixoto C, Gurgel-Filho ED. Radiopacity and histological assessment of Portland cement plus bismuth oxide. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod.* 2008;106(6):e69-77. PMID:18926734. <http://dx.doi.org/10.1016/j.tripleo.2008.07.028>
16. Bueno CE, Zeferino EG, Manhaes LR Jr, Rocha DG, Cunha RS, De Martin AS. Study of the bismuth oxide concentration required to provide Portland cement with adequate radiopacity for endodontic use. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod.* 2009;107(1):e65-9. PMID:19101486. <http://dx.doi.org/10.1016/j.tripleo.2008.09.016>
17. Tsuge T. Radiopacity of conventional, resin-modified glass ionomer, and resin-based luting materials. *J Oral Sci.* 2009;51(2):223-30. PMID:19550090. <http://dx.doi.org/10.2334/josnusd.51.223>
18. Duarte MA, Midena RZ, Zeferino MA, Vivan RR, Weckwerth PH, Dos Santos F, et al. Evaluation of pH and calcium ion release of calcium hydroxide pastes containing different substances. *J Endod.* 2009;35(9):1274-7. PMID:19720230. <http://dx.doi.org/10.1016/j.joen.2009.05.009>
19. Vivan RR, Ordinola-Zapata R, Bramante CM, Bernardineli N, Garcia RB, Hungaro Duarte MA, et al. Evaluation of the radiopacity of some commercial and experimental root-end filling materials. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod.* 2009;108(6):e35-8. PMID:19913718. <http://dx.doi.org/10.1016/j.tripleo.2009.07.037>
20. Gomes Cornelio AL, Salles LP, Campos da Paz M, Cirelli JA, Guerreiro-Tanomaru JM, Tanomaru Filho M. Cytotoxicity of Portland cement with different radiopacifying agents: a cell death study. *J Endod.* 2011;37(2):203-10. PMID:21238803. <http://dx.doi.org/10.1016/j.joen.2010.11.017>
21. Antonijevic D, Medigovic I, Zrilic M, Jokic B, Vukovic Z, Todorovic L. The influence of different radiopacifying agents on the radiopacity, compressive strength, setting time, and porosity of Portland cement. *Clin Oral Investig.* 2013 Nov 15. [Epub ahead of print]. PMID:24233183. <http://dx.doi.org/10.1007/s00784-013-1130-0>
22. Hungaro Duarte MA, de Oliveira El Kadre GD, Vivan RR, Guerreiro Tanomaru JM, Tanomaru Filho M, de Moraes IG. Radiopacity of portland cement associated with different radiopacifying agents. *J Endod.* 2009;35(5):737-40. PMID:19410095. <http://dx.doi.org/10.1016/j.joen.2009.02.006>
23. 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.* 2013. PMID:24033490.
24. Tanomaru-Filho M, da Silva GF, Duarte MA, Goncalves M, Tanomaru JM. Radiopacity evaluation of root-end filling materials by digitization of images. *J Appl Oral Sci.* 2008;16(6):376-9. PMID:19082394. <http://dx.doi.org/10.1590/S1678-77572008000600004>
25. Gandolfi MG, Taddei P, Tinti A, De Stefano Dorigo E, Rossi PL, Prati C. Kinetics of apatite formation on a calcium-silicate cement for root-end filling during ageing in physiological-like phosphate solutions. *Clin Oral Investig.* 2010;14(6):659-68. PMID:19943072. <http://dx.doi.org/10.1007/s00784-009-0356-3>
26. Camilleri J. Hydration mechanisms of mineral trioxide aggregate. *Int Endod J.* 2007;40(6):462-70. PMID:17459120. <http://dx.doi.org/10.1111/j.1365-2591.2007.01248.x>
27. Antunes Bortoluzzi E, Juarez Broon N, Antonio Hungaro Duarte M, de Oliveira Demarchi AC, Monteiro Bramante C. The use of a setting accelerator and its effect on pH and calcium ion release of mineral trioxide aggregate and white Portland cement. *J Endod.* 2006;32(12):1194-7. PMID:17174682. <http://dx.doi.org/10.1016/j.joen.2006.07.018>
28. Eliasson ST, Haasken B. Radiopacity of impression materials. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol.* 1979;47(5):485-91. [http://dx.doi.org/10.1016/0030-4220\(79\)90136-1](http://dx.doi.org/10.1016/0030-4220(79)90136-1)
29. Torabinejad M, Hong CU, McDonald F, Pitt Ford TR. Physical and chemical properties of a new root-end filling material. *J Endod.* 1995;21(7):349-53. [http://dx.doi.org/10.1016/S0099-2399\(06\)80967-2](http://dx.doi.org/10.1016/S0099-2399(06)80967-2)
30. Islam I, Chng HK, Yap AU. Comparison of the physical and mechanical properties of MTA and portland cement. *J Endod.* 2006;32(3):193-7. PMID:16500224. <http://dx.doi.org/10.1016/j.joen.2005.10.043>
31. Mizuno M, Banzai Y. Calcium ion release from calcium hydroxide stimulated fibronectin gene expression in dental pulp cells and the differentiation of dental pulp cells to mineralized tissue forming cells by fibronectin. *Int Endod J.* 2008;41(11):933-8. PMID:19133082. <http://dx.doi.org/10.1111/j.1365-2591.2008.01420.x>
32. Kontakiotis EG, Wu MK, Wesselink PR. Effect of calcium hydroxide dressing on seal of permanent root filling. *Endod Dent Traumatol.* 1997;13(6):281-4. PMID:9558510. <http://dx.doi.org/10.1111/j.1600-9657.1997.tb00056.x>
33. Tagger M, Tagger E, Kfir A. Release of calcium and hydroxyl ions from set endodontic sealers containing calcium hydroxide. *J Endod.* 1988;14(12):588-91. [http://dx.doi.org/10.1016/S0099-2399\(88\)80055-4](http://dx.doi.org/10.1016/S0099-2399(88)80055-4)
34. Saghiri MA, Asgar K, Lotfi M, Nazari A, Karamifar K, Neelakantan P, et al. Effect of storage temperature on sealing ability and solubility of white Mineral Trioxide Aggregate. *Acta Odontol Scand.* 2012;70(6):536-40. PMID:21815835. <http://dx.doi.org/10.3109/00016357.2011.600715>

CONFLITOS DE INTERESSE

Os autores declaram não haver conflitos de interesse.

AUTOR PARA CORRESPONDÊNCIA

Mário Tanomaru Filho

Departamento de Odontologia Restauradora, Faculdade de Odontologia, Univ Estadual Paulista – UNESP, Rua Humaitá, 1680, Centro, CP 331, 14801-903 Araraquara - SP, Brasil

e-mail: tanomaru@uol.com.br

Recebido: Janeiro 15, 2014

Aprovado: Abril 8, 2014