



**UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL
FACULDADE DE ODONTOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA**

Marlowa Marcelino Crema

**O EFEITO DO TAMANHO DA PARTÍCULA NAS PROPRIEDADES
FÍSICO- QUÍMICAS, BIOATIVAS E BACTERIOLÓGICAS DO PÓ DE SILICATO
TRICÁLCICO PURO.**

Porto Alegre/RS

2022

Marlowa Marcelino Crema

**O EFEITO DO TAMANHO DA PARTÍCULA NAS PROPRIEDADES
FÍSICO- QUÍMICAS, BIOATIVAS E BACTERIOLÓGICAS DO PÓ DE SILICATO
TRICÁLCICO PURO.**

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia da Faculdade de Odontologia da Universidade Federal do Rio Grande do Sul, como parte dos requisitos para obtenção do título de Doutor em Odontologia.

Área de Concentração: Clínica Odontológica/
Endodontia

Linha de Pesquisa: Cimentos Endodônticos.

Orientador: Prof^a. Dr^a. Fabiana Soares Grecca

Porto Alegre/RS

2022

CIP - Catalogação na Publicação

Crema, Marlowa Marcelino

O efeito do tamanho da partícula nas propriedades físico-químicas, bioativas e bacteriológicas do pó de silicato tricálcico puro/Marlowa Marcelino Crema. -- 2021.

97 f.

Orientador: Fabiana Soares Grecca.

Tese (Doutorado) -- Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Faculdade de Odontologia, Programa de Pós-Graduação em Odontologia, Porto Alegre, BR-RS, 2021.

1. Cimentos Endodônticos. 2. Silicato Tricálcico. 3. Nanotecnologia. 4. Bioatividade. I. Grecca, Fabiana Soares, orient. II. Título.

Elaborada pelo Sistema de Geração Automática de Ficha Catalográfica da UFRGS com os dados fornecidos pelo(a) autor(a).

*Dedico esse trabalho a minha família,
meu bem mais precioso.*

AGRADECIMENTOS

Sinceros agradecimentos a todos que me ajudaram a desenvolver esse trabalho:

- Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS)- Laboratório de Materiais Dentários (LAMAD),
- Universidade do Extremo Sul Catarinense (UNESC)- Laboratório de Cerâmica Técnica (CerTec) do parque Científico e Tecnológico (Iparque),
- Professor Doutor Fabrício Mezzomo Collares (UFRGS),
- Professora Doutora Patrícia Maria Polli Kopper (UFRGS),
- Professor Doutor Oscar Rubem Klegues Montedo (UNESC),
- Professora Doutora Sabrina Arcaro (UNESC),
- Gabriela Balbinot (UFRGS),
- Anarela Bernardi Vassen (UNESC),
- André Luiz Alves.

E principalmente a minha Orientadora Professora Doutora Fabiana Soares Grecca por ter acreditado em mim e que com sua imensa sabedoria me deixou uma marca indestrutível.

Quero ser como você!

*Prefiram a minha instrução à prata,
e o conhecimento ao ouro puro,
pois a sabedoria é mais preciosa do que rubis;
nada do que vocês possam desejar
compara-se a ela.
(Provérbios 8:10-11)*

CREMA, Marlowa Marcelino. **O efeito do tamanho da partícula nas propriedades físico-químicas, bioativas e bacteriológicas do pó de silicato tricálcico puro.** 2021. 97f. Tese (Doutorado em Odontologia) – Faculdade de Odontologia da Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS), Porto Alegre, RS, 2021.

RESUMO

Cimentos de silicato tricálcico são conhecidos atualmente na Endodontia por apresentarem biocompatibilidade e bioatividade. São cimentos que reagem com água e apresentam capacidade antimicrobiana. Partículas menores de um mesmo material conferem a ele uma diminuição de seu tempo de presa devido a uma mais rápida reação de hidratação. O objetivo desse estudo foi a obtenção de dois tamanhos menores do que o original de partículas do silicato tricálcico puro (*Mineral Research Processing, Meyzieu, França*), caracterizá-lo, verificar suas propriedades físico-químicas, bacteriológicas e de bioatividade para a obtenção de novos compostos à base desse material. O pó de silicato tricálcico bruto foi moído e obtidos dois novos tamanhos de partículas: moído e supermoído. Foram caracterizados através de Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV), Difratomia de Raio X (DRX), aparelho CILAS a laser para medição do tamanho de partícula, método BET de medição de área de superfície e picnometria. Foram analisados bacteriologicamente pelo teste de concentração inibitória mínima. Foram testados seu tempo de presa inicial, degradação, medidas de pH e íons cálcio pós-hidratação, assim como pelos testes de bioatividade microRaman, MEV e DRX após imersos em Solução Fisiológica (SBF). Os resultados mostraram que quanto menor o tamanho de partícula, menor seu tempo de presa, maior degradação, melhor liberação de íons e capacidade antimicrobiana, além de mais rápida atividade de bioatividade. A obtenção de cimentos endodônticos com partículas pequenas torna-se promissora para a obtenção de cimentos que penetrem em túbulos dentinários ou mesmo cimentos para reparos bioativos.

Palavras-chave: Cimentos Endodônticos. Silicato Tricálcico. Nanotecnologia. Bioatividade. Endodontia.

ABSTRACT

Tricalcium silicate cements are currently known in Endodontics for presenting biocompatibility and bioactivity. They are cements that react with water and have an antimicrobial capacity. Smaller particles of the same material give it a reduced setting time due to a faster hydration reaction. The aim of this study was to obtain two sizes smaller than the original particles of pure tricalcium silicate (*Mineral Research Processing, Meyzieu, França*), characterize it, verify its physicalchemical, bacteriological and bioactivity properties to obtain new compounds based on this material. The crude tricalcium silicate powder was ground and two new particle sizes were obtained: ground and super ground. They were characterized using Scanning Electron Microscope (SEM), X-Ray Diffractometry (DRX), CILAS laser device for particle size measurement, BET method of surface area measurement and pycnometry. They were analyzed bacteriologically by the minimum inhibitory concentration test. Its initial setting time, degradation, pH measurements and calcium ions after hydration were tested, as well as by microRaman, MEV and DRX bioactivity tests after immersion in Physiological Solution (SBF). The results showed that the smaller the particle size, the shorter its setting time, greater degradation, better ion release and antimicrobial capacity, in addition to faster bioactivity activity. The manufacture of endodontic cements with small particles is promising for obtaining cements that penetrate dentinal tubules or even cements for bioactive repair.

Key Words: Endodontic Cements. Tricalcium Silicate. Nanotechnology. Bioactivity. Endodontics.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 - Silicato Tricálcico Puro.....	28
Figura 2 - Moinho Planetário de Alta Energia.	28
Figura 3 - Princípio de funcionamento do aparelho CILAS 1064.	30
Figura 4 - Difratorômetro de Raios X- Bruker Modelo D8.	32
Figura 5 - (A) Microscópio Eletrônico de Varredura; (B) Imagens das amostras sendo geradas.....	32
Figura 6 - Analisador de área superficial específica por adsorção e dessorção de nitrogênio.	34
Figura 7 - (A) Espatulação do cimento. (B) Agulha tipo Gillmore e matrizes de gesso preenchidas com o cimento manipulado.....	36
Figura 8 - (A) imagem do aparelho. (B) Fonte de laser do espectrofotômetro de Raman...	40
Figura 9 - Análise DRX dos três grupos de tamanhos de partículas, caracterizando os picos de silicato tricálcico.....	42
Figura 10 - Micrografias obtidas através da análise em MEV dos três grupos estudados. ...	43
Figura 11 - Mediana dos valores de pH dos materiais avaliados em cada período.	45
Figura 12 - Análise da deposição mineral utilizando o Raman para observação de picos de fosfato de cálcio pós-imersão em SBF.....	47
Figura 13 - Gráficos e laudos da natureza cristalina da deposição mineral dos corpos de prova estudados pós-imersão de 28 dias em SBF utilizando DRX.	49

LISTA DE QUADRO E TABELAS

Quadro 1 - Técnicas e equipamentos utilizados na caracterização do pó de silicato tricálcico.	29
Tabela 1 - Tamanho das partículas através de difração a laser CILAS.	42
Tabela 2 - Área superficial das partículas estudadas.	43
Tabela 3 - Atividade antibacteriana (%) para diferentes concentrações de cada amostra. .	44
Tabela 4 - Mediana (valores máximos e mínimos) do tempo de presa (minutos) e teste de degradação (%).	45
Tabela 5 - Liberação de íons cálcio dos corpos de prova ($\mu\text{g/g}$), em função do tempo.	46
Tabela 6 - Quantificação de fase cristalina e amorfa dos corpos de prova pós 28 dias de hidratação.	48

LISTA DE SIGLAS E SÍMBOLOS

AS	- Área de Superfície
ASTM	- <i>American Society for Testing and Materials</i>
ATCC	- <i>American Type Culture Collection</i>
BET	- <i>Brunauer-Emmett-Teller</i> [Método]
BHI	- <i>Brain Heart Infusion</i>
C3S	- Silicato tricálcico
CaO	- Óxido de cálcio
CEM	- Mistura Enriquecida com Cálcio
CerTec	- Laboratório de Cerâmica Técnica
DRX	- Difractometria de Raio X
FDA	- <i>Food and Drug Administration</i>
FTIR	- Infravermelho por transformada de Fourier
HBSS	- Solução Salina Balanceada de Hench
ICDD	- <i>International Center for Diffraction Data</i>
ICP-OES	- <i>Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometry</i> [Espectrometria de Emissão Óptica por Plasma Acoplado Indutivamente]
ISO	- <i>International Organization for Standardization</i> [Organização Internacional para Padronização]
Iparque	- Parque Científico e Tecnológico
LAMAD	- Laboratório de Materiais Dentários
MEV	- Microscópio Eletrônico de Varredura
ml	- Mililitro
mm	- Milímetros
MTA	- Agregado Trióxido Mineral
mW	- miliWatts
nm	- Nanômetro
rpm	- Rotações por minuto
SBF	- Solução Fisiológica Balanceada [rica em fosfato]
SiO ₂	- Dióxido de silício
β-Ca ₂ SiO ₄	- <i>Bioactive beta-dicalcium silicate ceramics</i>
UFC	- Unidades formadoras de colônia
UFRGS	- Universidade Federal do Rio Grande do Sul
UNESC	- Universidade do Extremo Sul Catarinense
UV-Vis	- Ultravioleta Visível
VS	- Volume da Solução

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	13
2	REVISÃO DA LITERATURA	16
2.1	SILICATO TRICÁLCICO	16
2.1.1	Tamanho de Partículas	17
2.1.2	Mecanismo de Ação	18
2.1.3	Biocompatibilidade e Bioatividade	19
2.2	CIMENTOS À BASE DE SILICATO DE CÁLCIO - MATERIAIS	20
2.2.1	Cimento Portland	20
2.2.2	Mineral Trióxido Agregado - MTA	21
2.2.3	Biocerâmicos	23
2.2.4	Classificação dos materiais à base de silicato de cálcio	24
3	PREPOSIÇÕES	26
3.1	OBJETIVO GERAL	26
3.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS	26
4	MATERIAL E MÉTODOS	28
4.1	MOAGEM DE ALTA ENERGIA	28
4.2	CARACTERIZAÇÃO DO MATERIAL	29
4.2.1	Análise do tamanho das partículas (Granulometria)	29
4.2.2	Densidade Real por Picnometria de gás hélio (He)	30
4.2.3	Análise da natureza cristalinado pó de silicato de cálcio utilizando Difratometria de Raios X (DRX)	31
4.2.4	Análise da natureza cristalinado pó de silicato de cálcio utilizando Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	32
4.2.5	Análise da área de superfície pelo método BET: Adsorção e dessorção de nitrogênio	33
4.3	ENSAIO BACTERIOLÓGICO - CONCENTRAÇÃO INIBITÓRIA MÍNIMA	34
4.4	HIDRATAÇÃO DO MATERIAL PARA OS TESTES FÍSICO-QUÍMICOS	35

4.5	TESTES FÍSICO-QUÍMICOS	36
4.5.1	Teste de tempo de presa inicial.....	36
4.5.2	Teste de Degradação.....	37
4.5.3	Análise de pH	37
4.5.4	Quantificação da liberação de íons cálcio utilizando Espectrometria de Emissão Óptica por Plasma Acoplado Indutivamente	38
4.6	TESTE DE BIOATIVIDADE EM SOLUÇÃO FISIOLÓGICA BALANCEADA (SBF).....	39
4.6.1	Análise da deposição mineral utilizando Espectrofotômetro de Micro Raman.....	39
4.6.2	Análise da microestrutura da deposição mineral utilizando MEV	40
4.6.3	Análise da natureza cristalina da deposição mineral utilizando DRx	41
5	RESULTADOS	42
5.1	CARACTERIZAÇÃO DAS PARTÍCULAS DE SILICATO TRICÁLCICO	42
5.1.1	Análise dos tamanhos das partículas (Granulometria).....	42
5.1.2	Densidade Real por Picnometria	42
5.1.3	Análise da natureza cristalina do pó de silicato de cálcio utilizando DRX42	42
5.1.4	Análise da natureza cristalina do pó de silicato tricálcico utilizando o MEV	43
5.1.5	Análise da área de superfície utilizando BET.....	43
5.2	ENSAIO BACTERIOLÓGICO	44
5.3	TESTES FÍSICO-QUÍMICOS	44
5.3.1	Tempo de Presa Inicial	44
5.3.2	Teste de Degradação.....	44
5.3.3	Teste de pH	45
5.3.4	Quantificação da liberação de íons cálcio.....	46
5.4	TESTE DE BIOATIVIDADE	46
5.4.1	Análise da Deposição Mineral: Espectrômetro de Micro RAMAN.....	46
5.4.2	Análise da Microestrutura da Deposição Mineral: Microscópio Eletrônico de Varredura.....	46
5.4.3	Análise da natureza cristalina da deposição mineral utilizando Difrátômetro de Raio X (DRX)	48

6	DISCUSSÃO	50
6.1	CARACTERIZAÇÃO DO PÓ DE SILICATO DE CÁLCIO.....	50
6.2	HIDRATAÇÃO DAS PARTÍCULAS.....	53
6.3	ENSAIO BACTERIOLÓGICO	55
6.4	TESTES FÍSICO-QUÍMICOS	57
6.4.1	Tempo de Presa	57
6.4.2	Degradação	58
6.4.3	Dissociação iônica do Hidróxido de Cálcio: pH e liberação de íons cálcio	61
6.5	TESTES DE BIOATIVIDADE.....	64
7	CONCLUSÕES	69
	REFERÊNCIAS	70

1 INTRODUÇÃO

São chamados cimentos hidráulicos em endodontia aqueles que têm capacidade de endurecimento quando reagem com água (AGRAFIOTI *et al.*, 2016; DUTTA; SAUNDERS, 2014). Dentre estes, o cimento de silicato tricálcico ganhou especial ênfase nos últimos anos na terapia endodôntica (KIM *et al.*, 2018). Seu mecanismo de ação inicia quando o pó de silicato tricálcico entra em contato com a água, formando um gel de silicato de cálcio hidratado e hidróxido de cálcio que se dissocia ionicamente ao longo do tempo (CAMILLERI, 2007, 2008a; LAZIC, 1995).

Com o aumento da quantidade de íons cálcio e sua reação com os fosfatos dos fluidos fisiológicos teciduais, inicia-se a formação de apatita na superfície das partículas do material (HAN; OKJI, 2013; NIU *et al.*, 2014; YANG; TROCZYNSKI; LIU, 2002). Esse mecanismo é responsável pela biocompatibilidade e bioatividade do cimento (JITARU *et al.*, 2016). As propriedades bioativas produzem um ambiente propício para a indução, diferenciação e proliferação celular, capazes de promover mineralização (DONNERMEYER *et al.*, 2019, JAFARI, F.; JAFARI, S., 2017; PINHEIRO *et al.*, 2018; PRATI; GANDOLFI, 2015; RODRIGUEZ-LOZANO *et al.*, 2017; SULTANA *et al.*, 2018; TORABINEJAD *et al.*, 2018).

O processo, desde o início da hidratação dos cimentos até os estágios mais avançados de bioatividade *in vitro* e *in vivo*, ainda está sendo amplamente estudado. A interação desses cimentos com os tecidos do corpo humano começa na sua inserção e persiste por anos, fazendo com que o material possa ser considerado dinâmico (CAMILLERI; MALLIA, 2011; GANDOLFI *et al.*, 2010).

O poder alcalinizante do material, que provém da liberação de íons hidroxila a partir do hidróxido de cálcio, é o responsável por sua capacidade antimicrobiana (ESTRELA *et al.*, 1999; KAPRALOS *et al.*, 2018; KOTROULIS *et al.*, 2019; ZEHNDER *et al.*, 2006). A presença de bactérias é a causa mais comum de falhas de um tratamento endodôntico devido ao seu poder de penetração em túbulos dentinários e ramificações do canal (NAIR *et al.*, 2005; SIQUEIRA JR *et al.*, 2000; SJÖGREN *et al.*, 1997). Infecções endodônticas refratárias são aquelas que persistem no sistema de canais radiculares mesmo após as terapias advindas do preparo químico e mecânico do tratamento (SIQUEIRA JR *et al.*, 2014). A bactéria mais comumente encontrada nessas situações é a *Enterococcus faecalis*

(ZHANG;DU; PENG,2015). Estrela *et al.*,(1995) mostraram que íons hidroxila afetam a membrana celular e a atividade enzimática dos microrganismos.

O Agregado Trióxido Mineral (MTA) foi o primeiro cimento à base de silicato que começou a ser estudado em meados dos anos 90 na Universidade de Loma Linda, na Califórnia. Possui características que o tornam um cimento ideal para uso em diversas situações clínicas, como, por exemplo, selamento de ápices radiculares em casos de cirurgias apicais e reparo de raízes que apresentam solução de continuidade (TORABINEJAD *et al.*, 1997). Esse material, contudo, pode apresentar algumas limitações, como tempo de presa prolongado e consistência desfavorável na manipulação (TORABINEJAD *et al.*, 1995a,b).

A alteração na composição química do MTA vem sendo sugerida a fim de possibilitar a melhora nas propriedades químicas, físicas e biológicas (CAMILLERI, 2015; DUARTE *et al.*, 2018; KHAN; SYED, 2019; PARIROKH; TORABINEJAD, 2010; TORABINEJAD; PARIROKH, 2010). A essa nova classe de materiais dá-se o nome de biocerâmicos, ou cimentos à base de silicato de cálcio (HA; KAHLER; WALSH, 2017).

O tamanho de partículas de cimentos odontológicos de silicato de cálcio foi primeiramente estudado por Kent e Wilson (1971). Os autores concluíram que a granulometria do pó tem grande influência nas propriedades físico-químicas. A simples modificação do tamanho das partículas do material, em especial sua diminuição ou a adição de nanopartículas, diminui seu tempo de presa (ABDALLA *et al.*, 2019; LEE *et al.*, 2018; SAGHIRI *et al.*, 2012), não afetando suas propriedades biológicas (TORABINEJAD *et al.*, 2017a). Ainda, aumenta a área de superfície, e por consequência sua reatividade (PRENTICE; TYAS; BURROW, 2005). Por outro lado, partículas maiores podem levar à diminuição da resistência do material (BRUNE; SMITH, 1982; KENT; WILSON, 1971).

Asgary *et al.* (2008) desenvolveram um material chamado Mistura Enriquecida com Cálcio (CEM). Este material apresenta na sua maioria partículas pequenas de óxido, fosfato, carbonato, silicato, sulfato e cloreto, todos de cálcio. As propriedades físicas foram melhoradas, como o selamento. O mesmo foi observado por Soheilipour *et al.* (2009). Com efeito, outros cimentos biocerâmicos, como o *Biodentine*, apresentam redução no tempo de presa devido à adição de partículas com menor tamanho (DAWOOD *et al.*, 2017). Já o *Bioagregate*, após sua hidratação, forma uma trama de nanocompósitos de gel de silicato tricálcico e

hidróxido de cálcio (GRECH; MALLIA; CAMILLERI, 2013). O gel hidratado de nanopartículas de silicato de cálcio com a hidroxiapatita, que também faz parte da composição do cimento, forma um vedamento estanque na região onde este foi inserido.

Diante do exposto, torna-se necessário o estudo do principal componente dos cimentos à base de silicato de cálcio, o silicato tricálcico puro, para a partir daí, viabilizar a adição de novas substâncias e o advento de novos produtos (NIU *et al.*, 2014). Sendo assim, o objetivo deste trabalho é caracterizar e avaliar as propriedades físico-químicas, biológicas e bacteriológicas do pó de silicato tricálcico puro (*Mineral Research Processing, Meyzieu, França*) com diferentes tamanhos de partículas para uso na endodontia.

2 REVISÃO DA LITERATURA

2.1 SILICATO TRICÁLCICO

Os cimentos à base de silicato se apresentam nas formas di ou tri fases de cálcio. Os silicatos tricálcicos possuem maior relevância nos processos biológicos de bioatividade quando comparados ao dicálcico (CHEN *et al.*, 2009a; DARVELL; WU, 2011; FORMOSA *et al.*, 2012; WANG; SUN; CHANG, 2008). Podem também ser chamados de cimentos hidráulicos por reagir com água na temperatura ambiente para a formação de uma massa sólida. Esse processo torna-se de grande importância para o cirurgião-dentista clínico, uma vez que a umidade dos locais que recebem o material não interfere na configuração e propriedades do cimento (DUTTA; SUANDERS, 2014).

O cimento de silicato tricálcico na sua forma pura começou a ser estudado como um possível substituto ao osso por ser um material bioativo (HUAN; CHANG, 2007a, 2008 a,b; ZHAO; CHANG, 2004; ZHAO *et al.*, 2005; ZHAO; CHANG; ZHAI, 2008), e, a partir daí, passou a ser estudado como um material com potencial para uso odontológico (CHEN *et al.*, 2009a; WANG; SUN; CHANG, 2008).

Foi estudado como material restaurador em dentes posteriores (LAURENT *et al.*, 2008), e como material obturador de canais radiculares (WANG; SUN; CHANG, 2008), porém mostrou ser degradável e possuir alto tempo de presa (ZHAO *et al.*, 2005).

O silicato tricálcico, também conhecido como Alite ou C3S, é o principal componente do clínquer do cimento Portland e responsável por suas propriedades mecânicas após hidratação e cura (TENÓRIO *et al.*, 2003). Também é o principal constituinte do MTA (CAMILLERI *et al.*, 2005; CAMILLERI, 2007, 2008a; TORABINEJAD; WHITE, 1995), material utilizado na endodontia como selante de perfurações e nas retro-obturações. Possui boas propriedades físico-químicas (HUAN; CHANG, 2008a) e induz a diferenciação e o crescimento celular, indicando biocompatibilidade e bioatividade (LAURENT *et al.*, 2008; RIDI *et al.*, 2005; ZHAO *et al.*, 2005; ZHAO; CHANG; ZHAI, 2008; WANG *et al.*, 2008). A principal vantagem do estudo e uso do silicato tricálcico puro na produção de um material biocerâmico é evitar o uso do MTA, pois, apesar de possuir as mesmas propriedades favoráveis

(CHEN *et al.*, 2009a,b; FORMOSA *et al.*, 2012), tem a desvantagem da presença do aluminato tricálcico e outros metais pesados (DAMMASCHKE *et al.* 2005, CAMILLERI *et al.* 2005)

O silicato tricálcico é sintetizado através de reação sólido-fase entre o óxido de cálcio, ou do carbonato de cálcio e óxido de silício. O mecanismo de reação é lento e altas temperaturas são necessárias, além de calcinações repetidas para sua completa formação (CARLSON, 1931; MOHAN, 1977; WELCH; GUTT, 1959). Pode também ser sintetizado pelo processo sol-gel (BALBINOT *et al.*, 2020; DING; SHIEB; WANGA, 2009), podendo ajustar as concentrações de cálcio e silício, melhorando as propriedades físico-químicas, como diminuição do tempo de presa e melhora na capacidade de formação de apatita (ZHAO *et al.*, 2005; KAUR *et al.*, 2016). Isso dá-se porque o processo ocorre em temperatura ambiente, levando à formação de um gel com partículas mais porosas e com maior área de superfície (BAINO; FIORILLI; VITALE-BROVARONE, 2017; BALBINOT *et al.*, 2020).

2.1.1 Tamanho de Partículas

É bem conhecido que o tamanho de partícula inicial do pó tem um impacto importante sobre a cinética de hidratação, microestrutura e as propriedades finais do cimento pós-hidratação (BENTS *et al.*, 1999; FRIGIONE; MARRA, 1976; KNUDSEN, 1984; POMMERSHEIN, 1987; SCRIVENER, 1984; TENOUTASSE; DONDER, 1970). Sendo assim, menores tamanhos de partículas com maior área de superfície permitem maior número de sítios de hidratação, diminuindo o tempo de presa do cimento, além de favorecer outras propriedades físico-químicas do material (DE CESARE *et al.*, 2021).

Com o advento de biocerâmicos, cimentos à base de silicato de cálcio foram desenvolvidos com tamanhos menores de partículas quando comparado ao MTA, que possui tamanho entre 1-10 microgramas (μg) para o MTA cinza (LEE *et al.*, 2004), tornando mais fácil seu manuseio e possibilitando a penetração do material nos túbulos dentinários (KOMBAYASHI; SPANGBERG, 2008; LEE *et al.*, 2017; MC MICHAEL *et al.*, 2016).

As nanopartículas mostram-se uma alternativa promissora para o desenvolvimento de cimentos à base de silicato de cálcio como os biocerâmicos. O

Nano White MTA (NW-MTA- *Kamal Asgar Research Center*) foi proposto por Saghiri *et al.* (2012) e patenteado pelo mesmo autor. Houve redução do tamanho das partículas para aumentar a superfície de reação, porém este tamanho não foi citado. O material também possui sal de estrôncio, aumentando sua bioatividade (SAGHIRI *et al.*, 2012; ZAFAR; JAMAL; GHAFOR, 2020).

Quando a terapia endodôntica se faz necessária na rotina clínica do cirurgião-dentista, a escolha dos materiais utilizados é de suma importância, uma vez que podem estar em contato direto com as células e os tecidos do periodonto. Por isso, é necessário que estes materiais apresentem boas características físico-químicas e biológicas (NDONG *et al.*, 2012).

2.1.2 Mecanismo de Ação

Os cimentos à base de silicato de cálcio constituem-se de um pó que em contato com água forma uma reação química chamada de reação de hidratação. Através dessa reação, forma-se uma fase de gel coloidal de silicato de cálcio hidratado e outra fase de hidróxido de cálcio (LEE; MONSEF; TORABINEJAD, 1993). O hidróxido de cálcio produzido com a mistura libera íons cálcio que, em contato com o dióxido de carbono e fluidos fisiológicos contendo fosfato encontrados nos tecidos, dão origem a cristais de carbonato de cálcio e apatitas carbonatadas que são similares às unidades estruturais do osso. A presença da fibronectina promove a adesão celular, e conseqüentemente a formação de tecido duro ou de reparo por osteoblastos que reconhecem a composição química semelhante da estrutura formada (BOZEMAN; LEMON; ELEAZER, 2006; HAN; KODAMA; OKIJI, 2015; HAN; OKJI, 2013; REYES-CARMONA; FELIPPE; FELIPPE, 2009; SARKAR *et al.*, 2005). Podemos dizer que o cimento à base de silicato de cálcio também possui grande capacidade de formação de tecido duro quando em contato com tecidos vitais, pois auxilia na rápida neoformação de cimento e osso, que pode ser chamado de selamento biológico (KOH *et al.*, 1997, 1998).

Os íons hidroxila, também liberados com a dissociação iônica do hidróxido de cálcio, elevam consideravelmente o pH do meio, tornando o ambiente alcalino, e portanto inóspito a microrganismos. Por isso, eles são responsáveis pelo poder bactericida do material (HOLLAND *et al.*, 1999).

2.1.3 Biocompatibilidade e Bioatividade

Os materiais podem ser classificados em quatro categorias diferentes dependendo de sua interação com os tecidos humanos. Dessa forma eles podem se apresentar como materiais tóxicos, bioinertes (biocompatíveis), bioativos ou biorreabsorvíveis (HENCH, 1991; WANG, 2015).

Os cimentos à base de silicato de cálcio são conhecidos atualmente na endodontia por apresentarem duas principais propriedades: a biocompatibilidade e a bioatividade (GUVEN *et al.*, 2013; MOINZADEH *et al.*, 2016; RICUCCI *et al.*, 2020; WALSH *et al.*, 2018). A biocompatibilidade de um cimento pode ser definida pela capacidade que esse material tem de não causar danos aos tecidos orgânicos onde ele é inserido, conseguida através da inércia química e biológica (WILLIAMS, 2008). Já a bioatividade de um cimento refere-se à capacidade desse material de causar mudanças no local do organismo onde ele for inserido (DEBELIAN; TROPE, 2016). Essas mudanças levam à indução, diferenciação e proliferação celular, necessárias para que aconteça o reparo cicatricial do tecido (CHEN *et al.*, 2019).

Para testar os parâmetros de biocompatibilidade, bioatividade e mutagenicidade dos materiais, inicialmente são realizados ensaios *in vitro* (PRIMUS; TAY; NIU, 2019; SHEN *et al.*, 2015). Quando estes mostrarem bons resultados, prossegue-se com os ensaios em animais e posteriormente os testes em seres humanos (HAKKI *et al.*, 2009). Os ensaios celulares *in vitro* são métodos simples, de baixo custo, fáceis de serem executados e auxiliam na compreensão dos mecanismos de toxicidade celular (LEE *et al.*, 2012; MODARESZADEH *et al.*, 2011; NAGHAVI *et al.*, 2014; SAMYUKTHA *et al.*, 2014). As normas internacionais estabelecem que a citocompatibilidade dos materiais odontológicos deve ser em torno de 70% (WANG *et al.*, 2018), e cimentos à base de silicato de cálcio apresentam boas características de viabilidade celular (PINHEIRO *et al.*, 2018). Além disso, promovem algum grau de resposta inflamatória, porém essa resposta é clinicamente aceitável e restrita a curtos períodos, ao mesmo tempo em que apresentam características de reparo tecidual (PINHEIRO *et al.*, 2018).

Para a formação de tecido mineralizado é necessário que as células indiferenciadas se diferenciem em células progenitoras, como osteoblastos e cementoblastos, e que o material colocado no local tenha propriedades bioativas (TANOMARO FILHO *et al.*, 2017). Sarkar *et al.*, (2005) foram os primeiros

pesquisadores que testaram a bioatividade *in vitro* de um cimento à base de silicato de cálcio usando as normativas da Organização Internacional de Padronização (ISO 22.317), que serve de protocolo para esses tipos de testes. Os autores analisaram a formação de apatita sobre a superfície do cimento após exposição do mesmo ao SBF (solução fisiológica rica em fosfato).

Um pH alcalino é favorável para a formação mineral pois potencializa a atividade da fosfatase alcalina, síntese de colágeno tipo I e osteocalcina, elementos essenciais para formação de matriz mineralizada. A osteocalcina é uma proteína não colágena, responsável pela formação de tecido duro. Bem como a sialoproteína óssea, responsável pela formação de tecidos como osso, cimento e dentina. Cimentos à base de silicato de cálcio foram relatados como materiais que permitem a expressão de genes formadores de matriz mineralizada (TANI-ISHII *et al.*, 2007).

Ainda são conhecidos por inibir a osteoclastogênese e a reabsorção óssea com efeitos semelhantes à medicamentos do grupo de bifosfonados (KIM *et al.*, 2019). O pH alcalino, assim como a inibição da via autofágica, bloqueiam a formação de células de reabsorção e favorecem a formação óssea (TIAN *et al.*, 2015).

2.2 CIMENTOS À BASE DE SILICATO DE CÁLCIO- MATERIAIS

2.2.1 Cimento Portland

O primeiro cimento à base de silicato de cálcio usado na odontologia foi o cimento Portland, utilizado na construção civil. É composto por clínquer Portland (silicatos de cálcio com propriedades hidráulicas); sulfato de cálcio; produtos derivados da alta temperatura utilizada; materiais pozolânicos (materiais de silício ou silício-alumínio) que na presença de água reagem com o hidróxido de cálcio e carbonato de cálcio (TAVARES; LUIZ, 1997).

Foi utilizado no final do século XIX para obturação de canais radiculares (WITTE, 1878). Um século depois, Torabinejad patenteou o uso do cimento Portland na endodontia com a seguinte composição: silicato tricálcico, silicato dicálcico, aluminato tricálcico e aluminoferrito de tetracálcio- PATENTES 5415547 e 5769638 (TORABINEJAD; WHITE, 1995, 1998); esse material foi descrito num artigo

científico chamado de “MT Agregado” (LEE; MONSEF; TORABINEJAD, 1993; PRIMUS *et al.*, 2019).

2.2.2 Mineral Trióxido Agregado - MTA

O MTA foi introduzido na Endodontia em 1993 por Torabinejad na Universidade de Loma Linda, Califórnia, como material retro-obturador e de reparo de perfurações laterais e de furca (LEE; MONSEF; TORABINEJAD, 1993; TORABINEJAD; WATSON; PITT FORD, 1993). Foi aprovado pelo *Food and Drug Administration* (FDA) em 1997, nos Estados Unidos da América, produzido e comercializado pela empresa Dentsply com o nome de ProRoot. É o cimento de silicato tricálcico mais conhecido e tido como padrão ouro para reparos em endodontia (COSTA; GOMES; FERNANDES, 2016; DARVEL; WU, 2011; GÜVEN *et al.*, 2013). Atualmente, é um dos materiais mais estudado e mais citado em artigos científicos em toda a área da odontologia (YILMAZ; DINÇOL; YALÇIN, 2019; AHMAD; ELGAMAL, 2020).

Sua composição é similar à do cimento Portland, contendo 80% do clínquer (FUNTEAS; WALLACE; FOCHTMAN, 2003), acrescido de 20% (TORABINEJAD *et al.*, 1995a) de óxido de bismuto, utilizado como radiopacificador (ASGARY *et al.*, 2006). Apesar da semelhança, não se trata do mesmo material (DAMMASCHKE *et al.*, 2005). O MTA possui partículas de menor tamanho, contém menor carga de metais pesados e ainda passa por um processo de purificação durante seu manufaturamento (ISLAN; CHNG; YAP, 2006). Possui alto pH e alta liberação de íons cálcio (ESTRELA *et al.*, 1999; MAENO *et al.*, 2005). Sua interação com os tecidos é constante e persiste por anos após sua inserção (CAMILLERI; MALLIA, 2011; GANDOLFI *et al.*, 2010; REYES-CARMONA; FELIPPE; FELIPPE, 2009). Possui ainda baixa solubilidade, propriedade antibacteriana, boa resistência à compressão, impede a infiltração marginal e permite sua utilização em ambientes úmidos sem perda das propriedades (PARIROKH; TORABINEJAD, 2010). Apresenta excelente radiopacidade, conferida pelo óxido de bismuto, sendo semelhante à guta-percha, e mais radiopaco que o osso e a dentina (CHEDELLA; BERZINS, 2010; TORABINEJAD *et al.*, 1995a; TORABINEJAD; PARIROCH, 2010). É um material biocompatível e bioativo (BRAMANTE *et al.*, 2013; KATSAMAKIS *et*

al., 2013), permitindo a formação de apatita na superfície das suas partículas e a adesão celular (AL-RABEAH; PERINPANAYAGAM; MACFARLAND, 2006; GANDOLFI *et al.*, 2010; HAN; OKIJI, 2015), característica essa que, combinada com sua capacidade de selamento (MITCHELL *et al.*, 1999; TORABINEJAD; PARIROKH, 2010), confere ao material diversas utilidades.

Desta forma, sua aplicação é indicada em casos de apicetomia como material retro-obturador (PARIROKH; TORABINEJAD, 2010; TSEISIS *et al.*, 2013; WALSH *et al.*, 2014), perfurações (MENTE *et al.*, 2014), reabsorções dentárias (NUNES *et al.*, 2012; REWARD; SEDGLEY, 2011; SALGAR *et al.*, 2011; UTNEJA *et al.*, 2012; WHITE; BRYANT, 2002), capeamento pulpar ou pulpotomia (TORABINEJAD; CHIVIAN, 1999), apicificação e apicogênese (PARIROKH; TORABINEJAD, 2010). Ainda é indicado no tratamento regenerativo de ápices incompletos (KAUP; SCHÄFER; DAMMASCHKE, 2015; TORABINEJAD *et al.*, 2017b), recobrando o coágulo, na tentativa assim de conseguir a revascularização pulpar e término da formação radicular (HUANG, 2008). Foi citado também no tratamento de dentes traumatizados fraturados, usado numa mistura com sangue (CHANIOTIS, 2014).

É um material que apresenta altas taxas de sucesso reportadas na literatura. Von Arxe *et al.* (2019) relataram 86,8% de cura após 10 anos em pacientes que realizaram cirurgia apical. Siew, Lee e Cheung (2015) relataram mais de 70% de cura nos casos de reparo de perfuração em uma meta-análise.

É apresentado em duas versões, ou colorações: o MTA cinza e o branco, sendo que este último não possui ferro em sua composição (CAMILLETTI *et al.*, 2005). O MTA branco foi lançado no mercado em 2002, pois a versão cinza causava manchamentos dentários (DAMMASCHKE *et al.*, 2005). As duas versões apresentam, de acordo com a literatura, as mesmas propriedades (FRENKEL; KAUFMAN; ASHKENAZI, 2011; ESKANDARIZADEH *et al.*, 2012).

As desvantagens estão relacionadas ao prolongado tempo de presa (DAWOOD *et al.*, 2015), difícil manipulação e inserção na cavidade devido à sua consistência arenosa (BASTURK *et al.*, 2013; DAWOOD *et al.*, 2015; KAUP; SCHÄFER; DAMMASCHKE, 2015; OLIVEIRA; PANDOLFELLI; JACOBOWITZ, 2010) e que pode resultar no deslocamento do material depois de inserido na cavidade (BORTOLUZZI *et al.*, 2015), além do alto custo (MENEZES *et al.*, 2004; SAIDON *et al.*, 2003). Tais desvantagens induzem pesquisadores a acrescentar componentes ao MTA, a fim de melhorar suas propriedades, sejam elas físico-químicas, biológicas ou

mesmo para manter sua ação antimicrobiana (ABDULAHHA *et al.*, 2002; AKBARI *et al.*, 2013; BORTOLUZZI *et al.*, 2009; KOGAN *et al.*, 2006; LEE *et al.*, 2011).

A partir disso, uma nova categoria de materiais surge com a incorporação de diversas substâncias e trocas de outras da constituição original do MTA na tentativa de minimizar suas desvantagens, porém mantendo sempre a composição original e vantajosa do produto: o silicato tri/dicálcico (MOZAYEN *et al.*, 2009, 2012; PIRZADEH-ASHRAF *et al.*, 2018).

2.2.3 Biocerâmicos

Os biocerâmicos são apresentados de duas maneiras na endodontia: cimentos usados com finalidade reparadora, nesse caso apresentando-se geralmente na forma pó + líquido, e cimentos usados com finalidade obturadora de canais radiculares, geralmente na forma de pastas pré-misturadas (nanopartículas de silicato de cálcio com um polímero).

Cerâmicas são materiais não orgânicos, não metálicos, obtidos pelo aquecimento em altas temperaturas de minerais brutos. São biocompatíveis, com alta capacidade bioativa (DEUBENER *et al.*, 2018; RAGHAVENDRA *et al.*, 2017). São materiais desenvolvidos especialmente para aplicações biomédicas (THRIVIKRAMAN *et al.*, 2014), resultantes da combinação de silicato de cálcio com outros componentes, podendo ser o fosfato de cálcio, partículas de alumina, zircônia e vidros bioativos (JAMES, 1995; WANG *et al.*, 2004; NASSEH, 2009). O termo “biocerâmico” aparece primeiramente relacionado ao BioAggregate (*Innovative Bio Ceramix Inc.*- Canadá) em 2009. Porém, o termo é usado para todos os cimentos hidráulicos, incluindo o MTA (HA; KAHLER; WALSH, 2017).

Zhao *et al.* (2005) estudaram as propriedades físico-químicas e a bioatividade de um cimento experimental de silicato tricálcico. Os resultados mostraram que o material induziu a formação de hidroxiapatita e se dissolveu lentamente nos fluidos corporais, além de estimular o crescimento celular quando utilizado em certas concentrações. Isso mostrou a excelente bioatividade do mesmo. Camilleri (2011) substituiu o cimento Portland por silicato tricálcico como material base de cimentos como MTA e verificou a formação de hidrato de silicato de cálcio e hidróxido de cálcio, concluindo ser uma substituição viável. Yanamoto *et al.* (2017) avaliaram a

liberação de íons cálcio, pH e formação de apatita de um protótipo de cimento hidráulico à base de silicato tricálcico. Foram comparados três materiais: o cimento de silicato experimental, o MTA ProRoot branco, e Theracal LC (um cimento à base de resina modificada contendo silicato de cálcio). O protótipo estudado apresentou resultados similares ao MTA com formação de íons cálcio, alcalinização e formação de precipitado de apatita.

Huang e Chang (2008b) realizaram um estudo no qual acrescentaram uma pasta contendo carbonato de sódio a 10, 15, 20 e 25% aos cimentos de silicato no intuito de melhorar seu tempo de presa e resistência à compressão. A bioatividade e degradação dos componentes da pasta também foram testados. Os resultados mostraram que o tempo de presa diminuiu significativamente, a resistência à compressão aumentou depois de 24 h da presa, e ainda apresentou boa bioatividade e moderada degradação, sendo este um bom aditivo ao cimento de silicato.

2.2.4 Classificação dos materiais à base de silicato de cálcio

Ao longo do tempo, os cimentos também foram classificados em gerações, sendo os de primeira geração os primeiros MTAs que surgiram, o MTA ProRoot branco e cinza da empresa Dentsply. Na segunda geração, aparecem as modificações feitas no MTA. Para a terceira geração entram materiais provenientes do silicato tri/dicálcico como o Biodentine (Septodont). Na quarta geração aparecem misturas de cimento hidráulicos, como as misturas de silicato e fosfato de cálcio, por exemplo, o Endosequence fabricado pela Brassler, e os cimentos modificados por resina como o Theracal da empresa Bisco (DUTTA; SAUDERS, 2014; ZAFAR; JAMAL; GHAFOR, 2020).

Num artigo recente, Camilleri (2020) propõe uma nova classificação devido à variedade de materiais existentes. Desde a introdução do MTA, os materiais hidráulicos à base de silicato de cálcio sofreram diversas modificações, incluindo suas aplicações clínicas e benefícios. Desse modo, a incorporação de substâncias modificadoras ao material gerou diferentes reações químicas e seu comportamento pode variar também dependendo do local onde ele for inserido. A classificação,

então, leva em conta dois parâmetros: primeiro, o local de inserção, que nesse caso pode ser:

- Intracoronário: materiais utilizados para capeamentos pulparem ou como barreiras em casos de Endodontia Regenerativa;
- Intrarradicular: materiais utilizados para obturação de canais radiculares ou formações de plugs apicais; e
- Extrarradicular: materiais utilizados para reparos de perfurações ou vedamento de ápices em casos de cirurgias pararendodônticas.

Leva em conta ainda suas composições, inclusão de aditivos, além da mistura com água ou polímero. Nesse caso surgem cinco tipos:

- Tipo I- Material advindo do cimento Portland, sem a inclusão de aditivos e misturado com água. Exemplo: ProRoot MTA (Dentsply);
- Tipo II- Material advindo do cimento Portland, com a adição de aditivos e misturado com água. Exemplo: MTA Angelus, MTA HP Repair (Angelus);
- Tipo III- Material advindo do cimento Portland, com a adição de aditivos e misturado com polímeros hidrossolúveis. Exemplo: Bio C Angelus;
- Tipo IV- Material advindo do silicato dicálcico ou tricálcico, com adição de aditivos e misturado com água. Exemplo: Biodentine, Bioroot (ambos Septodont); e
- Tipo V- Material advindo do silicato dicálcico ou tricálcico, com a adição de aditivos e misturado com polímeros hidrossolúveis. Exemplo: Totalfill (FKG Dentaire).

A partir do levantamento bibliográfico realizado, faltam estudos que analisem o comportamento do composto químico principal dos cimentos tipo IV e V, o silicato tricálcico puro, quando apresentado em diferentes tamanhos de partículas.

3 PROPOSIÇÕES

3.1 OBJETIVO GERAL

Testar o cimento de silicato tricálcico puro (*Mineral Research Processing, Meyzieu, França*), em três diferentes tamanhos de partículas, quanto às propriedades físico-químicas, antimicrobianas e de bioatividade para que sirva como componente base de cimentos biocerâmicos.

3.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Caracterizar as partículas do pó por meio da:
 - ✓ Medição do seu tamanho;
 - ✓ Medição da densidade real através de Picnometria de gás hélio (He);
 - ✓ Análise da natureza cristalina através de difratometria de Raios X (DRX);
 - ✓ Análise da forma e tamanho pela microscopia eletrônica de varredura (MEV);
 - ✓ Área de superfície pelo método BET.

- Realizar o teste antimicrobiano por meio do:
 - ✓ Teste da Concentração Inibitória Mínima.

- Realizar os testes Físico-Químicos por meio do:
 - ✓ Tempo de presa inicial;
 - ✓ Degradação dos cimentos;
 - ✓ pH em água deionizada nos tempos: imediato, 3 h, 1dia, 7, 14, 21 e 28 dias pós-hidratação;
 - ✓ Quantificação da liberação de íons cálcio em água deionizada por Espectrometria de Emissão Óptica por Plasma Acoplado Indutivamente (ICP-OES) nos tempos pós-hidratação de: 1 dia, 14 e 28 dias.

- Realizar os testes de bioatividade por meio da:
 - ✓ Análise da deposição mineral com o uso do espectrofotômetro de micro Raman nos tempos pós-hidratação de: imediato, 1 dia, 7, 14 e 28 dias;
 - ✓ Análise da deposição mineral dos cimentos hidratados utilizando MEV nos tempos pós-hidratação de: imediato, 1 dia, 7, 14 e 28 dias e
 - ✓ Análise de fases cristalina e amorfa utilizando o DRX, 28 dias após a hidratação.

4 MATERIAL E MÉTODOS

Para o presente estudo foi utilizado Silicato Tricálcico (*Mineral Research Processing, Meyzieu, França*) (Figura 1) que passou inicialmente por um processo de desaglomeração de partículas. Para isso, o material foi colocado associado ao álcool anidro num moinho planetário Retsch (PM 100 CM, Haan, Alemanha) (Figura 2), com jarro revestido de zircônia e microesferas de zircônia por 5 min. A seguir, o material foi seco em estufa (CIENLAB Equipamentos Científicos - modelo CE-220/100, Campinas, São Paulo, Brasil) por 24 h a 37° C.



Figura 1- Silicato Tricálcico Puro.
Fonte: Elaborada pela Autora (2021).



Figura 2- Moinho Planetário de Alta Energia.
Fonte: Dados do fabricante.

4.1 MOAGEM DE ALTA ENERGIA

Para a diminuição do tamanho das partículas foi utilizado o mesmo moinho na desaglomeração de partículas. A moagem utilizou microesferas de zircônia com diâmetro entre 0,3 e 0,4 mm e peso total de 30 g, à velocidade de 300 rpm, criando dois novos tamanhos de partículas além do tamanho original que fizeram parte dos grupos experimentais. O tempo de moagem foi de 1 h para o grupo moído e de 2 h

para o supermoído. Para isso, foi utilizado 5 g do pó para 5 ml de álcool anidro. Depois do processo de moagem, o material foi seco em estufa a 60 °C por 24 h.

4.2 CARACTERIZAÇÃO DO MATERIAL

Para a caracterização do silicato tricálcico foram utilizadas técnicas e equipamentos conforme Quadro 1.

Quadro 1- Técnicas e equipamentos utilizados na caracterização do pó de silicato tricálcico.

Caracterização	Técnicas	Equipamento
Tamanho das partículas (Granulometria)	Difração à Laser	<i>CILAS Particle Sizer Analyzer 1064</i> (Orleans, França)
Densidade Real	Picnometria por gás hélio	<i>AccuPyc 1340, Micromeritics</i> , (Atlanta, Georgia, Estados Unidos da América)
Análise da natureza cristalina	Difratometria de Raio X	<i>DRX Bruker modelo D8</i> (Bruker do Brasil, Atibaia, São Paulo, Brasil)
Análise da forma e tamanho das partículas	Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	Microscópio Eletrônico de Varredura <i>ZEISS EVO MA10</i> (Jena, Alemanha)
Área Superficial Específica	Adsorção e dessorção de nitrogênio (método BET)	<i>Monosorb Surface Area Analyzer MS-13</i> , Quantachrome (Boyton Beach, Flórida, Estados Unidos da América)

Fonte: Elaborada pela Autora (2021).

4.2.1 Análise do tamanho das partículas (Granulometria)

Foi realizada análise dos tamanhos das partículas do silicato tricálcico bruto, moído e supermoído pelo equipamento de difração a laser CILAS modelo 1064. O princípio de funcionamento desse aparelho é baseado na difração da luz de laser. Segundo este princípio, o ângulo de difração de luz é inversamente proporcional ao tamanho da partícula. O aparelho possui duas fontes de laser colimado e fibra óptica, com comprimento de onda 635 e 820 nm, e potência de 3 e 7 mW.

O aparelho foi ajustado para análise em cem classes, medindo partículas com tamanhos entre 0,04 a 500 μm . O pó do silicato foi adicionado em frações, para uma boa diluição, totalizando aproximadamente 5 g para cada grupo. Foi utilizada a técnica de dispersão líquida com álcool e duas gotas de Disperlam LP6 (Lambra Produtos Químicos Auxiliares, Nova Odessa, São Paulo, Brasil) para não ocorrer aglomeração. No aparelho, a amostra foi agitada e logo após os feixes de laser atravessaram e colidiram com as partículas.

As medições de tamanho foram realizadas pela detecção do ângulo de difração de um feixe de luz que atravessa a amostra contida em uma célula óptica (Figura 3). No plano posterior ficam lentes com placas de detecção acopladas a um processador de sinal que emite as informações para o computador. O software *Expert Shape* (Orleans, França) processou os resultados.

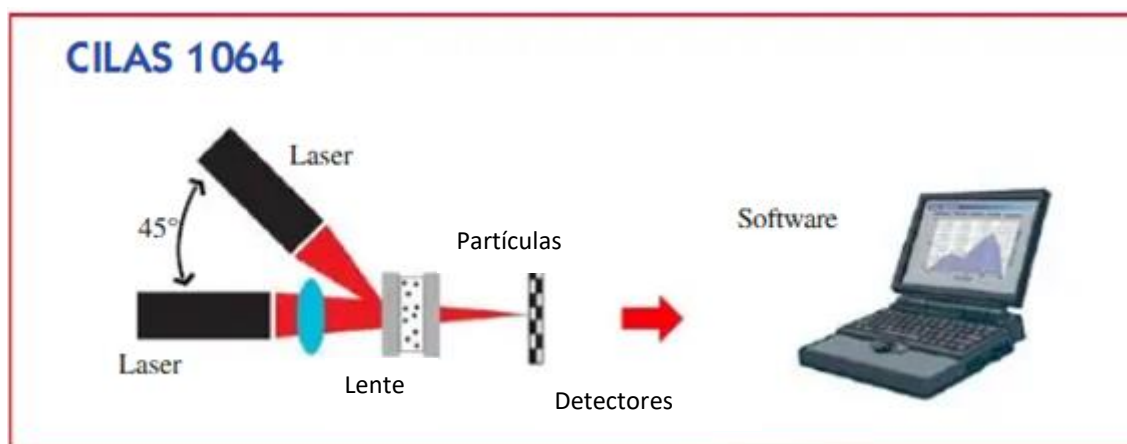


Figura 3- Princípio de funcionamento do aparelho CILAS 1064.
Fonte: Dados do fabricante.

4.2.2 Densidade Real por Picnometria de gás hélio (He)

A picnometria utilizando He tem como objetivo avaliar a densidade e o volume real do material. O ensaio é realizado pela comparação da variação da pressão do gás entre uma câmara de volume conhecido e uma câmara com a amostra a ser analisada. O gás penetra na amostra e preenche os vazios, indicando a densidade e o volume real desta. A análise consiste em um processo de desgaseificação, com sucessivas injeções do gás para remoção de impurezas e umidade. A câmara de expansão é levada até a pressão atmosférica (P_1) com a válvula de ligação entre as câmaras fechada. Em seguida, a válvula de ligação entre as câmaras é aberta, de

modo que a pressão diminui na câmara de expansão (P2). Cinco medidas de volume do sólido do cimento estudado (V_s) foram tomadas a partir dos resultados parciais de P1, P2, volume da câmara de expansão (V_e) e volume da câmara da amostra (V_a). O cálculo do volume do sólido foi realizado a partir da equação:

$$P1(V_a - V_s) = P2 (V_a - V_s + V_e)$$

Em seguida, foi calculada a massa específica para cada medida realizada, de acordo com a seguinte equação:

$$\rho = m_s/v_s$$

onde m_s é a massa de sólido pesado em gramas e v_s é o volume de sólido calculado pela picnometria.

4.2.3 Análise da natureza cristalinado pó de silicato de cálcio utilizando DRX

A Difração de Raios X ocorre quando os átomos que possuem espaçamentos uniformes em um material cristalino causam interferência nas ondas de Raios X que incidem sobre ele, fazendo com que esses raios difratem em diversas direções. Através da medição dos ângulos dos raios difratados, bem como da intensidade da radiação e de seu comprimento de onda, consegue-se uma imagem tridimensional da densidade de elétrons dentro do cristal. Essa densidade de elétrons nos permite analisar as posições atômicas, assim como as ligações químicas existentes, permitindo a determinação da estrutura atômica e molecular do cristal. Uma substância cristalina possui um difratograma característico que a distingue de outra substância.

A natureza cristalina de cada amostra, ou seja, a presença de picos de silicato tricálcico foi identificada usando DRX (Figura 4). Foi adicionado ao aparelho 1 g de cada grupo. A radiação usada foi medida em $K \alpha$ em tubo de cobre nas condições de 40 kV e 40 mA. A velocidade de varredura foi de $0,02^\circ$ por segundo num intervalo de 2° a 72° do goniômetro em 2Θ . A identificação de fases foi estabelecida pelo uso do software, utilizando o banco de dados *International Center for Diffraction Data* (ICDD) (Newtown Square, PA, USA).



Figura 4- Difratorômetro de Raios X- Bruker Modelo D8.
Fonte: Dados do fabricante.

4.2.4 Análise da forma e tamanho das partículas de silicato de cálcio utilizando MEV

Através de um feixe de elétrons irradiado sobre a superfície da amostra, a MEV avaliou a morfologia e a superfície do material (Figura 5).

Uma amostra do material de cada grupo foi recoberta com ouro (material condutor) e depois fixada em suportes metálicos (*stubs*) com fita dupla face de carbono. Os *stubs* foram inseridos no equipamento, gerando imagens com magnificação de 5000 x.

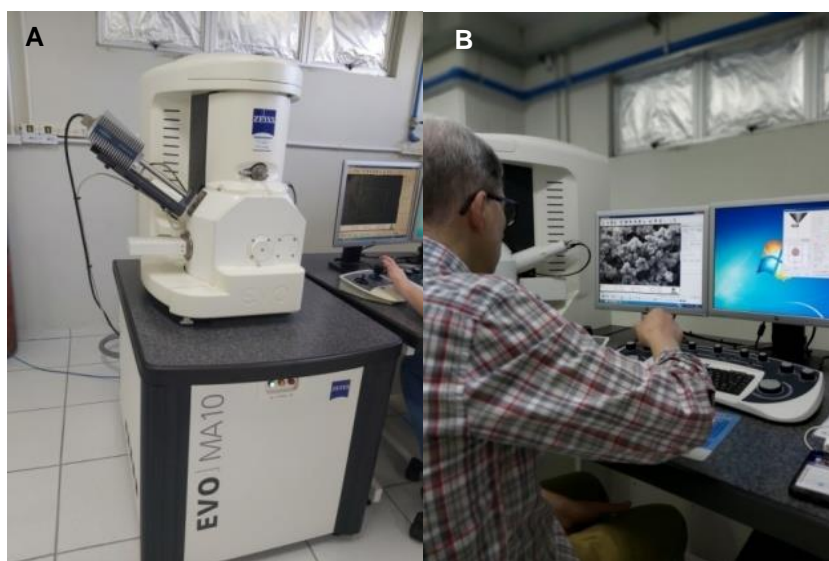


Figura 5 –(A) Microscópio Eletrônico de Varredura; (B) Imagens das amostras sendo geradas.

Fonte: Elaborada pela Autora (2021).

4.2.5 Análise da área de superfície pelo método BET: Adsorção e dessorção de nitrogênio

A área superficial específica de cada amostra foi avaliada através do método *Brunauer- Emmett- Teller* (BET), pelo aparelho *Monosorb Surface Area Analyzer* (MS-13, Quantachrome, Estados Unidos da América) (Figura 6), através da adsorção física de gases na superfície da amostra. Antes das medições, o pó foi inserido em um porta-amostras do equipamento e um bastão de vidro foi colocado para a redução de espaço morto junto da amostra. O porta-amostra passou então por um processo de aquecimento a 300 °C por 2 h e a conexão num compartimento a vácuo para desgaseificação. Depois, as amostras foram submersas em nitrogênio líquido para resfriamento. Este resfriamento é necessário porque a adsorção física é um fenômeno resultante de interações moleculares fracas, o que exige que as medições sejam realizadas na temperatura de condensação do nitrogênio para serem detectadas. Depois disso, as amostras foram submetidas ao nitrogênio em etapas e em diferentes e conhecidas pressões (p_0), de forma que se alcançou diferentes pressões do vapor (p) para o equilíbrio do sistema. Dessa forma, o sensor monitora essas variadas pressões (p) devido ao processo de adsorção. Quando ocorrer a saturação do sistema, não haverá mais adsorção de gases, determinando o volume de gás fisicamente adsorvido na superfície do pó. Nesse caso, a amostra foi removida e aquecida para que ocorresse a retirada do nitrogênio e sua quantificação molecular. A equação de BET foi usada para a determinação da área de superfície. Os dados foram apresentados na forma de um gráfico linear que relaciona p/p_0 .

Equação de BET:

$$V = V_m \times C \times P / (P - p_0) [1 + (C-1) (p/p_0)]$$

$$C = \exp (E_1 - E_l / RT)$$

Onde:

- V = volume total do gás adsorvido,
- V_m = volume do gás adsorvido quando a superfície do sólido está completamente coberta por uma monocamada,
- C = constante de BET,
- P = pressão no estado de equilíbrio,

- p_0 = pressão inicial do sistema,
- E_1 = calor de adsorção,
- E_l = calor de liquefação,
- R = constante universal dos gases (0,082 atm.L/mol.K)
- T = temperatura (77 K)



Figura 6- Analisador de área superficial específica por adsorção e dessorção de nitrogênio.
Fonte: Dados do Fabricante.

4.3 ENSAIO BACTERIOLÓGICO- CONCENTRAÇÃO INIBITÓRIA MÍNIMA

A sobrevivência dos microrganismos foi observada em diferentes concentrações dos materiais através da inibição do crescimento bacteriano, em triplicata. Todos os materiais utilizados foram esterilizados em autoclave durante 15 min a 121° C.

Para o crescimento bacteriano, inoculou-se *Enterococcus faecalis* (ATCC 29.212) em placa de Petri com Ágar Muller Hunton, previamente preparada e esterilizada, por 24 h em estufa a 37° C. Posteriormente, foram adicionadas unidades formadoras de colônia (UFC) da bactéria crescidas na placa em um tubo contendo 9 mL de uma preparação de salina a 0,9%. A partir de leituras em Ultravioleta Visível (UV-Vis), selecionando o comprimento de onda de 625 nm, a concentração do microrganismo foi ajustada em 10^8 UFC/mL (UFC= unidades formadoras de colônia por mililitro), que de acordo com a escala McFarland resulta em uma absorbância na faixa de 0,08-0,13 nm. Partindo-se do tubo contendo 10^8

UFC/mL, foi efetuada uma diluição com salina até chegar a uma concentração de 10^5 UFC/mL.

Diferentes concentrações de silicato tricálcico (0,125 g, 0,0625 g, 0,0312 g e 0,0156 g) foram colocadas em tubos de ensaio contendo 4,5 mL de *Brain Heart Infusion* (BHI) e 0,5 mL do caldo contendo bactérias na concentração de 10^5 UFC/mL. Foi realizado o controle negativo, sem adição do material. Os tubos de ensaio foram identificados e colocados em estufa a 37° C por 24 h.

Após o período de crescimento, um *swab* estéril foi mergulhado em cada tubo com o material e espalhado em toda a superfície de uma placa contendo ágar estéril. Todas as placas foram incubadas por 24 h a 37° C. Finalmente, o número de colônias foi contado e a UFC foi determinada. Foi considerado inibição quando as placas não apresentaram crescimento bacteriano. Aquelas placas que apresentaram mais de 300 colônias foram consideradas como ausência de atividade antibacteriana.

4.4 HIDRATAÇÃO DO MATERIAL PARA OS TESTES FÍSICO-QUÍMICOS

O pó de cada grupo passou por pesagem em balança de precisão semi-analítica (Shimadzu AUY220- precisão de 0,0001 g; Kyoto, Japão) de forma a obter 1 g do material. Logo após, foram misturados com água destilada com o auxílio de uma micropipeta monocal de volume variável Digipet (Curitiba, Paraná, Brasil) numa proporção de 1 g/ 0,66 mL, proporção essa definida por testes-pilotos para definição da melhor proporção da relação de pó/água para utilização na hidratação das partículas do pó de silicato tricálcico. Foram manipulados em placas de vidro lisas, incorporando o pó ao líquido com o auxílio de uma espátula de manipulação dupla n° 72 SS White/ Duflex (Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, Brasil) por 60 s para obtenção de uma mistura homogênea (Figura 7A). Todos os grupos foram hidratados e as misturas foram então acomodadas com um condensador SS White/Duflex (Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, Brasil) em matrizes de gesso ou silicona.

4.5 TESTES FÍSICO-QUÍMICOS

4.5.1 Teste de tempo de presa inicial

Após a hidratação (item 4.4), as misturas foram acomodadas com um condensado, em matrizes de gesso com diâmetro interno de 10 mm e altura de 2 mm. O teste de tempo de presa foi realizado de acordo com a especificação ISO 6876:2000. As cavidades foram preenchidas com os cimentos manipulados (n=06). Na sequência, uma agulha tipo Gillmore (Figura 7B), de $100 \pm 0,5$ g e ponta cilíndrica com $2,0 \pm 0,1$ mm de diâmetro incidiu verticalmente na superfície horizontal do cimento, marcando uma indentação. Essa manobra foi repetida a cada 15 min e em diferentes áreas, até que a marcação não fosse mais visível. Assim, o tempo de presa inicial foi considerado a partir do início da mistura até o momento em que a marca da agulha não foi mais visível.

Foi realizado o teste de *Shapiro Wilk* para avaliar a normalidade dos dados, e o teste não paramétrico *Kruskal- Wallis* e *pos-hoc* de *Dunn* foi utilizado para avaliar as diferenças entre os grupos ($P < 0,05$).



Figura 7 – (A) Espatulação do cimento. (B) Agulha tipo Gillmore e matrizes de gesso preenchidas com o cimento manipulado.

Fonte: Elaborada pela Autora (2021).

4.5.2 Teste de Degradação

Após hidratação das partículas, foram confeccionadas amostras de cada grupo com 5 mm de diâmetro e 3 mm de altura em moldes de silicone (n = 6). Cada amostra, após a presa, foi pesada e, em seguida, imersa em solução de TRIS-HCl (pH 7,4 e 37 °C) de acordo com ISO 10993-14:2001e na razão 0,1 cm⁻¹ (área de superfície/volume de solução). Essa solução foi substituída a cada 5 dias até completar 28 dias, quando foram analisadas (DAGUANO *et al.*, 2019). Neste momento, as amostras foram retiradas, lavadas com água deionizada, secas em estufa por 24 h a 37 °C e pesadas novamente. A perda de massa (Pm) foi calculada seguindo a fórmula: $Pm = (P0 - Pd) / P0 \times 100\%$; onde P0 indica o peso inicial das amostras e Pd representa o peso das amostras secas após o tempo de imersão programado.

Foi realizado o teste de *Shapiro Wilk* para avaliar a normalidade dos dados e o teste não paramétrico *Kruskal- Wallis* e *pos-hoc* de Dunn foi utilizado (P < 0,05).

4.5.3 Análise de pH

Após hidratação das partículas, foram confeccionados corpos de prova com 5 mm de diâmetro e 3 mm de altura em moldes de silicone (n= 6). Estes corpos de prova, após a presa, foram imersos em tubos Falcon contendo água deionizada. Seu volume foi calculado pela razão entre a área de superfície do corpo de prova por volume de solução, resultando em 0,1 cm⁻¹ (DAGUANO *et al.*, 2019). Foi medido o pH da solução com aparelho digital de bancada (Digimed DM-21, São Paulo, São Paulo, Brasil) previamente calibrado por soluções de pH conhecidos (4, 7 e 14). O pH da solução foi medido imediatamente após a imersão e após 3 e 24 h, 7, 14, 21 e 28 dias. A água deionizada não foi trocada e a amostra foi mantida a 37° C com 95 a 100% de umidade relativa durante todo o período do experimento.

Foi realizado o teste de *Shapiro Wilk* para avaliar a normalidade dos dados. Para avaliar diferentes materiais no mesmo tempo foi utilizado o teste não paramétrico de *Kruskal- Wallis* e *pos- hoc* de Dunn (P < 0,05).

4.5.4 Quantificação da liberação de íons cálcio utilizando Espectrometria de Emissão Óptica por Plasma Acoplado Indutivamente

Foi utilizada a técnica de análise química instrumental por meio da excitação de plasma de argônio em altas temperaturas (7000-10000 K) para produzir uma neblina onde os átomos da amostra emitem radiações entre 125 a 950 nm, características dos elementos que estão ali presentes. Esses átomos são detectados por sistemas ópticos e correlacionados com curvas de calibração obtidas com padrões certificados de referência.

Após a hidratação, foram confeccionados corpos de prova de 5 mm de diâmetro e 3 mm de altura em um molde de silicone (n=1). Estes corpos de prova, após a presa, foram imersos em tubo Falcon contendo água deionizada. A liberação de íons cálcio foi medida na água deionizada, onde as amostras do cimento manipulado foram armazenadas por 24 h e 28 dias. Esta água não foi trocada. Foi seguido o protocolo para testes de quantificação de íons metálicos como segue:

- Homogeneização da amostra;
- Pipetagem de 40 mL da água onde estavam contidas as amostras (que foi conservada em ácido nítrico) e adicionados a um béquer de 100 mL identificado com o código da amostra;
- Pipetagem de 3 mL de ácido nítrico e adição ao béquer de digestão, homogeneizando a solução;
- Tamponamento do béquer com um vidro relógio e colocação na chapa aquecedora ligada a 120 °C;
- Redução da digestão para aproximadamente 20 mL;
- Retirada do béquer da chapa aquecedora e resfriamento em temperatura ambiente;
- Filtragem da digestão em faixa rápida para tubo falcon de 50 mL, lavando as paredes do béquer com auxílio de uma almotolia. Após esse processo foi avolumada para 40 mL e homogeneizada.

Foi utilizado o aparelho *Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometry* (ICP-OES 720, Agilent. Santa Clara, Califórnia, Estados Unidos da

América). A quantificação foi realizada usando o método “*Standard SMEWW*” 3120B com um limite de 0,1 mg/ mL.

Os resultados foram expressos em $\mu\text{g/g}$ utilizando como parâmetros o peso do corpo de prova e o volume de água onde os mesmos foram imersos, conforme fórmula a seguir:

Total de íons cálcio liberados pelo peso do corpo de prova ($\mu\text{g/g}$) = total de íons liberados por litro (mg/L) x volume da água deionizada (L) x 1000 / peso do corpo de prova (g) (KOUTROULIS *et al.*, 2019).

4.6 TESTE DE BIOATIVIDADE EM SOLUÇÃO FISIOLÓGICA BALANCEADA (SBF)

4.6.1 Análise da deposição mineral utilizando Espectrofotômetro de Micro Raman

O espectrofotômetro de Raman realiza uma identificação química da superfície do corpo de prova de forma não invasiva (WANG; YAO, 2010), utiliza-se de uma fonte de laser que fornece informação química e estrutural dos materiais, permitindo sua identificação. Através dessa fonte de laser e sua luz incidente, acontece o espalhamento da luz. O espalhamento da luz é um fenômeno onde há a absorção e reemissão da luz. O espectro da luz de laser espalhada depende dos constituintes moleculares presentes na amostra e de seu estado, permitindo que este espectro seja usado para identificação e análise de materiais, e pode ser usado para investigar a interação do silicato tricálcico com as soluções fisiológicas (COLEMAN; NICHOLSON; AWOSANYA, 2007).

Após hidratação, foram confeccionados corpos de prova de 5 mm de diâmetro e 3 mm de altura em moldes de silicona ($n=1$). Após a presa, os corpos de prova foram imersos em tubos Falcon contendo Solução Fisiológica Balanceada (SBF) acelular e sem proteína com pH de 7,4 (KOKUBO; TAKADAMA, 2006) e mantidos em estufa a 37 °C com umidade relativa de 95 a 100% por 24 h, 7, 14 e 28 dias. Essa solução foi trocada a cada 5 dias em função da saturação do meio. O volume de SBF usado foi calculado de acordo com a área da superfície da amostra, como descrito pela norma ISO 23.317-07 (ASTM C158-02, 2012). De acordo com essa norma, o volume de solução deve obedecer a relação: $AS/VS= 0,1 \text{ cm}^{-1}$, onde $AS=$

Área de Superfície em mm^2 e VS= Volume da Solução. Uma amostra inicial do material recém-manipulado e sem imersão no SBF foi utilizada para uma análise imediata, sendo considerado período zero.

Os corpos de prova, após cada período experimental, foram colocados no porta-amostra do espectrofotômetro (Senterra, BrukerOptics, Ettingen, Alemanha) (Figura 8A e B) e foram irradiados por 5 s com laser de 785 nm, 100 mW de intensidade e 3 a 5 cm^{-1} de resolução. A área da superfície da amostra avaliada foi de 1x1mm em cem pontos equidistantes com 100 μm de distância, e três co-adições de luz. O espectro Raman foi obtido na área designada, e o fosfato foi usado para quantificar o depósito mineral na superfície. A região de pico de fosfato (960 cm^{-1}) foi medida e a altura do pico foi usada como intensidade de fosfato. Esta intensidade foi usada para plotar gráficos de cores. A escala da cor indica a presença de fosfato na superfície do material, onde azul a roxo significa baixas deposições e laranja e vermelho altas deposições, ou seja, quanto mais vermelho, mais fosfato.

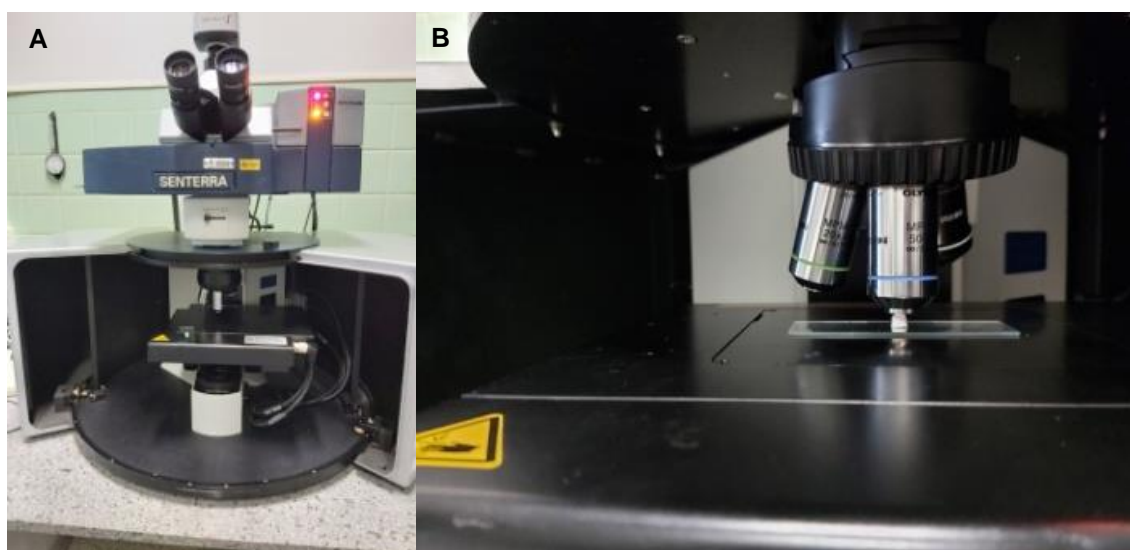


Figura 8 –(A) imagem do aparelho. (B) Fonte de laser do espectrofotômetro de Raman.
Fonte: Elaborada pela Autora (2021).

4.6.2 Análise da microestrutura da deposição mineral utilizando MEV

Os corpos de prova que passaram pela análise de Raman foram colocados em dissecador por 24 h e após, recobertos com fina camada de ouro, fixados em *stubs* e inseridos no MEV, gerando imagens com magnificações de 10.000x. A

superfície da amostra foi analisada para verificação de formações de fosfato de cálcio e as fases de hidratação do silicato de cálcio.

4.6.3 Análise da natureza cristalina da deposição mineral utilizando DRX

O DRX é o método padrão para quantificar a fase cristalina e, por consequência, a fase amorfa do material (CAMILLERI; LAURENT; ABOUT, 2014; TORABINEJAD *et al.*, 1995a).

Corpos de prova com 5 mm de diâmetro e 3 mm de altura foram confeccionados pelo processo de hidratação e, após a presa, foram armazenados por 28 dias em SBF (trocado a cada 5 dias) acelular e sem proteína, com pH de 7,4, em estufa a 37 °C e 95-100% de umidade relativa (n=1). O volume de SBF foi o mesmo utilizado para o teste de bioatividade de Raman. Após o período experimental, o corpo de prova foi moído e 1 g de cada grupo foi colocado no porta-amostra do equipamento Difrátômetro de raios X (Bruker modelo D8). A radiação usada foi $K\alpha$ em tubo de cobre nas condições de 40 kV e 40 mA. A velocidade de varredura foi de 0,02° por segundo num intervalo de 2 a 72° do goniômetro em 2Θ . A identificação de fases foi estabelecida pelo uso do software do aparelho utilizando o banco de dados ICDD (Newtown Square, PA, USA).

Uma vez identificada a fase cristalina da amostra, o difratograma obtido foi analisado pelo método de Rietveld com *goodnes-of-fit* (GOF)= 3,03 e Índice Ponderado (Rwp)= 11,42, o qual realiza um refinamento da estrutura cristalina e analisa quantitativamente as fases, comparando o padrão experimental com um padrão de uma mistura de fases conhecidas (RIETVELD, 1967). A cristalinidade foi estimada pelo método de separação de área com ajuda do *software X'pert High score Plus (Panalytical)*. Os parâmetros de entrelaçamento dessas fases foram analisados pelo método *Rietveld* (KEMETHMÜLLER *et al.*, 2006, SAKATA; COOPER, 1979).

5 RESULTADOS

5.1 CARACTERIZAÇÃO DAS PARTÍCULAS DE SILICATO TRICÁLCICO

5.1.1 Análise dos tamanhos das partículas (Granulometria)

O silicato tricálcico foi dividido em 3 grupos conforme os tamanhos das partículas (Tabela 1).

Tabela 1 - Tamanho das partículas através de difração a laser CILAS.

Grupos	Tamanho Médio
Bruto	5 μm
Moído	2,79 μm
Supermoído	0,82 μm

Fonte: Elaborada pela Autora (2021).

5.1.2 Densidade Real por Picnometria

A densidade do material correspondeu a 3,139 g/cm³ e foi igual para os diferentes tamanhos de partícula.

5.1.3 Análise da natureza cristalina do pó de silicato de cálcio utilizando DRX

Picos de silicato tricálcico ocorreram para os 3 diferentes tamanhos de partículas. A Figura 9 mostra os gráficos apresentando os picos de silicato tricálcico (ICDD: 031-0301).

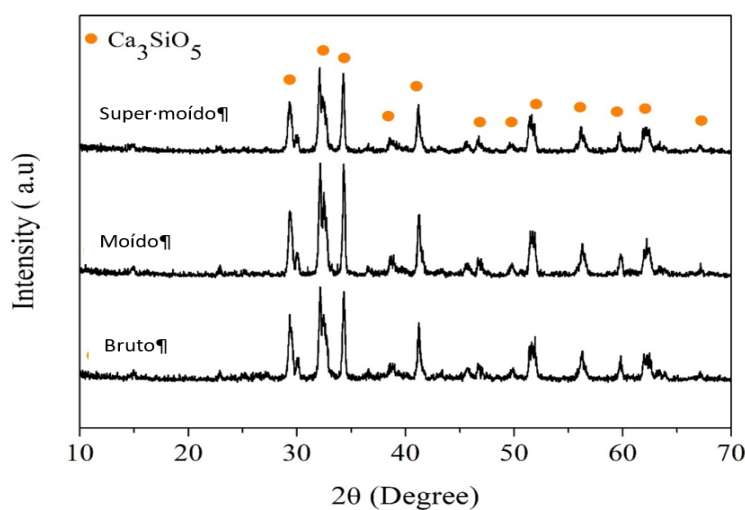


Figura 9- Análise DRX dos três grupos de tamanhos de partículas, caracterizando os picos de silicato tricálcico.

Fonte: Elaborada pela Autora (2021).

5.1.4 Análise da forma e tamanho das partículas de silicato tricálcico utilizando o MEV

Pode-se observar irregularidade na forma das partículas nos três grupos. Diferenças nos tamanhos de partículas foram confirmadas. Quanto menor o tamanho, maior aglomeração das partículas (Figura 10).

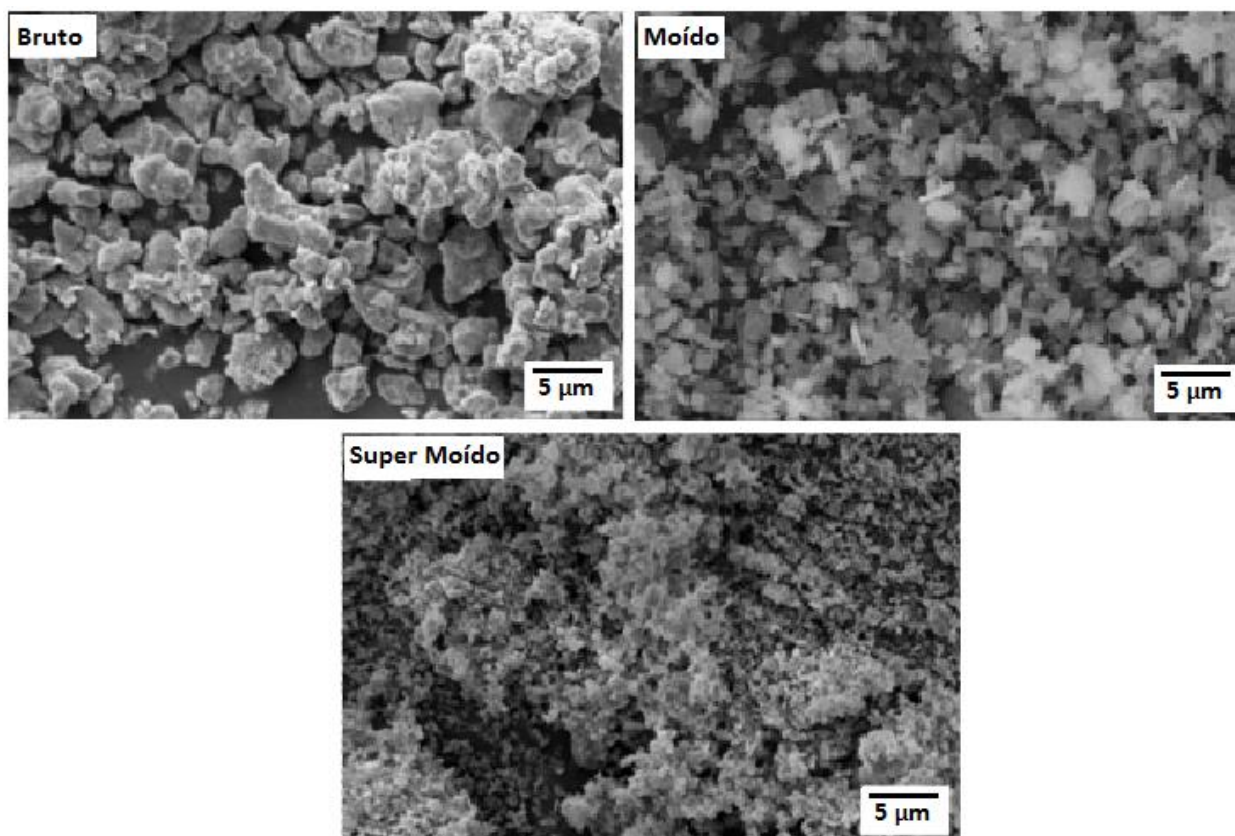


Figura 10 - Micrografias obtidas através da análise em MEV dos três grupos estudados.
Fonte: Elaborada pela Autora (2021).

5.1.5 Análise da área de superfície utilizando BET

Os resultados obtidos mostraram que quanto menor o tamanho das partículas, maior é a área de superfície (Tabela 2).

Tabela 2 - Área superficial das partículas estudadas.

Grupos	Área de superfície (m ² /g)
Bruto	4,839
Moído	12,220
Supermoído	15,845

Fonte: Elaborada pela Autora (2021).

5.2 ENSAIO BACTERIOLÓGICO

Os resultados obtidos estão expressos em porcentagem (Tabela 3).

O controle negativo, ou seja, sem a presença de silicato de cálcio, não apresentou atividade antibacteriana, considerado 0%.

Para o silicato bruto, a atividade antibacteriana ocorreu nas concentrações de 0,125 e 0,0625 g/ 5 mL. Para o moído e supermoído a atividade ocorreu nas 3 maiores concentrações (0,125 – 0,0625 – 0,0312 g/ 5 mL). Na menor concentração (0,0156 g/ 5 mL), não houve atividade antibacteriana.

Tabela 3 - Atividade antibacteriana (%) para diferentes concentrações de cada amostra.

Amostras	Concentrações (g/ 5 mL)				
	0,125	0,0625	0,0312	0,0156	0
Bruto	100%	100%	0%	0%	0%
Moído	100%	100%	100%	0%	0%
Supermoído	100%	100%	100%	0%	0%
Controle	0%	0%	0%	0%	0%

Fonte: Elaborada pela Autora (2021).

5.3 TESTES FÍSICO-QUÍMICOS

5.3.1 Tempo de Presa Inicial

Os resultados encontram-se expressos na tabela 4.

O grupo supermoído apresentou menor tempo de presa, com diferença estatística para o grupo bruto ($P < 0,05$). Não houve diferença entre os grupos bruto e moído nem para os grupos moído e supermoído ($P > 0,05$).

5.3.2 Teste de Degradação

O silicato supermoído apresentou maior degradação com diferença estatística para o bruto e moído ($P < 0,05$). Entre os grupos bruto e moído não houve diferença estatística ($P > 0,05$) (Tabela 4).

Tabela 4 – Mediana (valores máximos e mínimos) do tempo de presa (min) e teste de degradação (%).

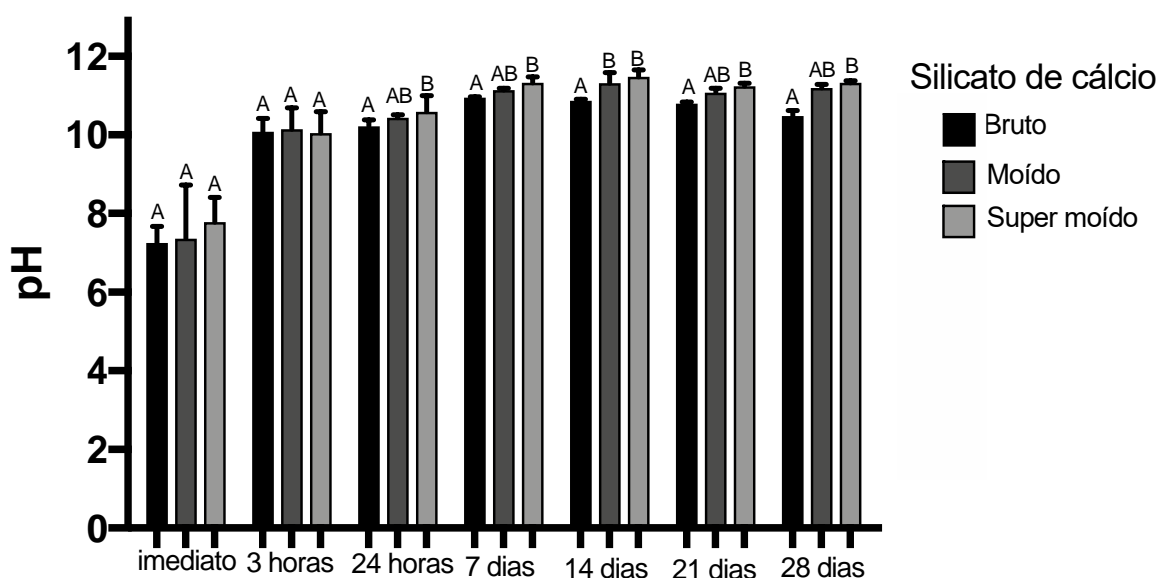
Materiais	Tempo de presa (min) (max- min)	Teste de degradação (%) (max-min)
Bruto	257 (263 - 256) ^{A*}	39,71 (46,13 - 39,26) ^A
Moído	242 (246 - 240) ^{AB}	40,59 (45,21 - 31,48) ^A
Supermoído	220 (225 - 219) ^B	46,30 (47,56 - 44,13) ^B
	P=0,00	P=0,02

*Letras diferentes significam diferença estatística na mesma coluna (P=0,05).

Fonte: Elaborada pela Autora (2021).

5.3.3 Teste de pH

Houve uma tendência de aumento no pH após o período imediato de imersão dos corpos de prova em água deionizada. Os valores mantiveram-se em torno de 11 aos 7 dias e até o final do período avaliado (28 dias). Nos períodos imediato e 3 h, não houve diferença entre os materiais. A partir de 24 h, o silicato supermoído apresentou maiores valores de pH quando comparado ao silicato bruto (P < 0,05).



* Letras maiúsculas diferentes representam diferença estatística no mesmo período entre os diferentes materiais.

Figura 11 - Mediana dos valores de pH dos materiais avaliados em cada período.

Fonte: Elaborada pela Autora (2021).

5.3.4 Quantificação da liberação de íons cálcio

O silicato bruto apresentou aumento na liberação de cálcio em relação aos períodos, assim como o moído, porém em menor quantidade. Para o silicato supermoído houve uma diminuição da quantidade de íons cálcio com o passar dos períodos experimentais (Tabela 5).

Tabela 5 - Liberação de íons cálcio dos corpos de prova ($\mu\text{g/g}$), em função do tempo.

	24 h	28 d
Bruto	3563,46	4720,43
Moído	3774,10	3889,62
Supermoído	3836,69	3262,39

Fonte: Elaborada pela Autora (2021).

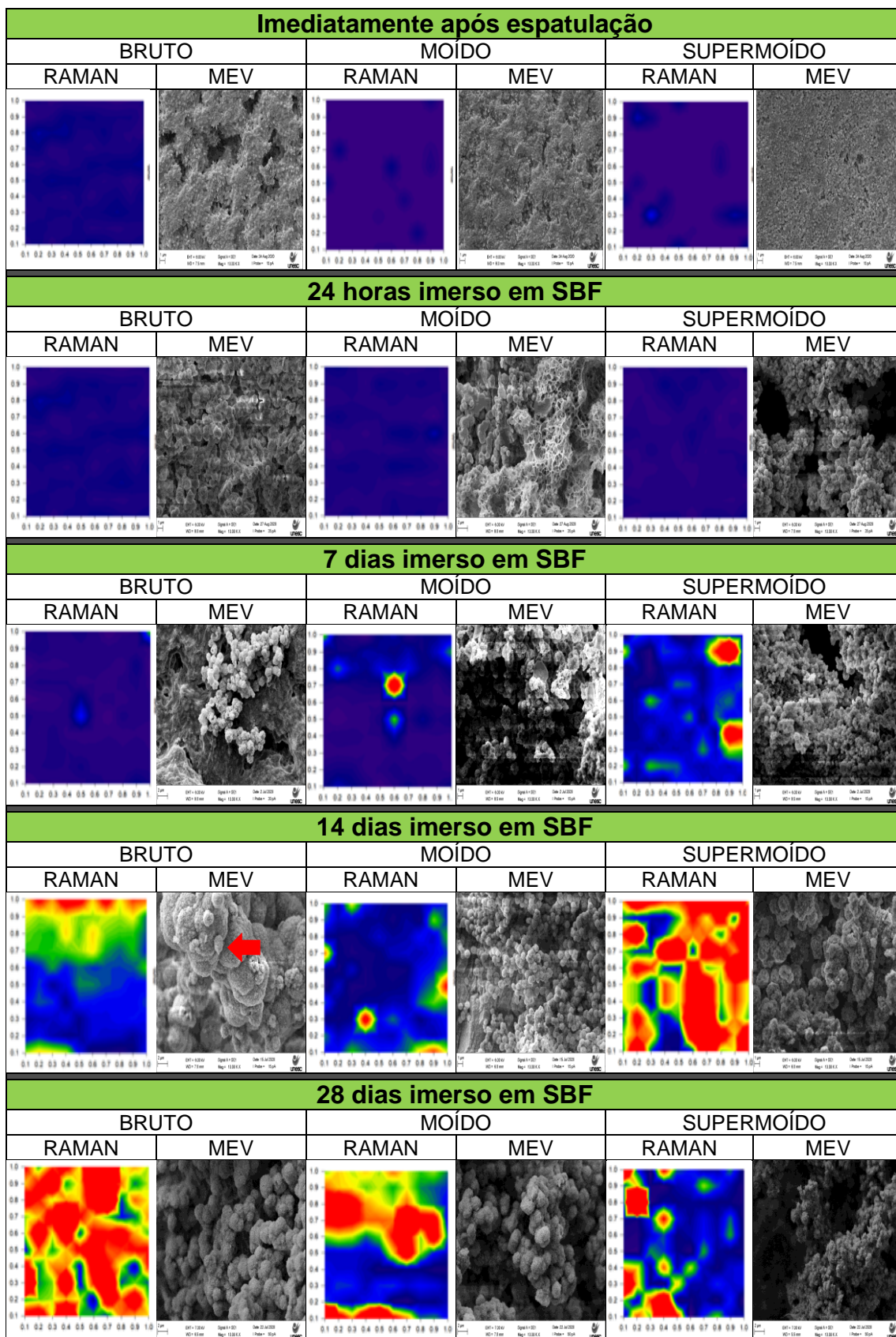
5.4 TESTE DE BIOATIVIDADE

5.4.1 Análise da Deposição Mineral: Espectrômetro de Micro RAMAN

Nos períodos imediato e de 24 h não houve a presença de picos de fosfato (cor azul) para os diferentes tamanhos de partículas. Aos 7 dias, houve início de formação de fosfato de cálcio (cor vermelha) para os grupos moído e supermoído. O maior pico de fosfato ocorreu no período experimental de 14 dias para o supermoído. Para os grupos bruto e moído este pico ocorreu em 28 dias (Figura 12).

5.4.2 Análise da Microestrutura da Deposição Mineral: Microscópio Eletrônico de Varredura

As micrografias obtidas mostraram formações semelhantes a “favos de mel”, nos períodos iniciais, evidenciando fases de hidratação do silicato tricálcico. Após 7 dias, surge a formação de microesferas agregadas que correspondem à formação de fosfato de cálcio, o que se torna mais evidente aos 14 e 28 dias para os três grupos experimentais (Figura 12).



Nota: **Azul**- ausência de picos de fosfato; **Vermelho**: maior concentração do mesmo e análise da microestrutura da deposição mineral por meio MEV nos diferentes períodos; **Setas**: compostos de esferas e presença de grânulos menores sobre estas, cobrindo o corpo de prova.

Figura 12 - Análise da deposição mineral utilizando o Raman para observação de picos de fosfato de cálcio pós-imersão em SBF. Fonte: Elaborada pela Autora (2021).

5.4.3 Análise da natureza cristalina da deposição mineral utilizando Difratômetro de Raios X (DRX)

Através do DRX pode-se quantificar a formação das fases cristalina e amorfa (%) em cada grupo (Tabela 6). Após 28 dias, observou-se grande quantidade de formações amorfas que ainda não atingiram a fase cristalina.

Tabela 6 - Quantificação de fase cristalina e amorfa dos corpos de prova pós 28 dias de hidratação.

	Bruto	Moído	Supermoído
Fase Cristalina	14%	16,3%	18%
Fase Amorfa	86%	83,7%	82%

Fonte: Elaborada pela Autora (2021).

As formações cristalinas encontradas após 28 dias das amostras imersas em SBF foram identificadas através do DRX e quantificadas pelo método de Rietveld. Os resultados estão representados na Figura 13.

Nos três grupos, houve formações cristalinas de aragonita, calcita e afwillite. No grupo moído houve ainda a presença de silicato dicálcico.

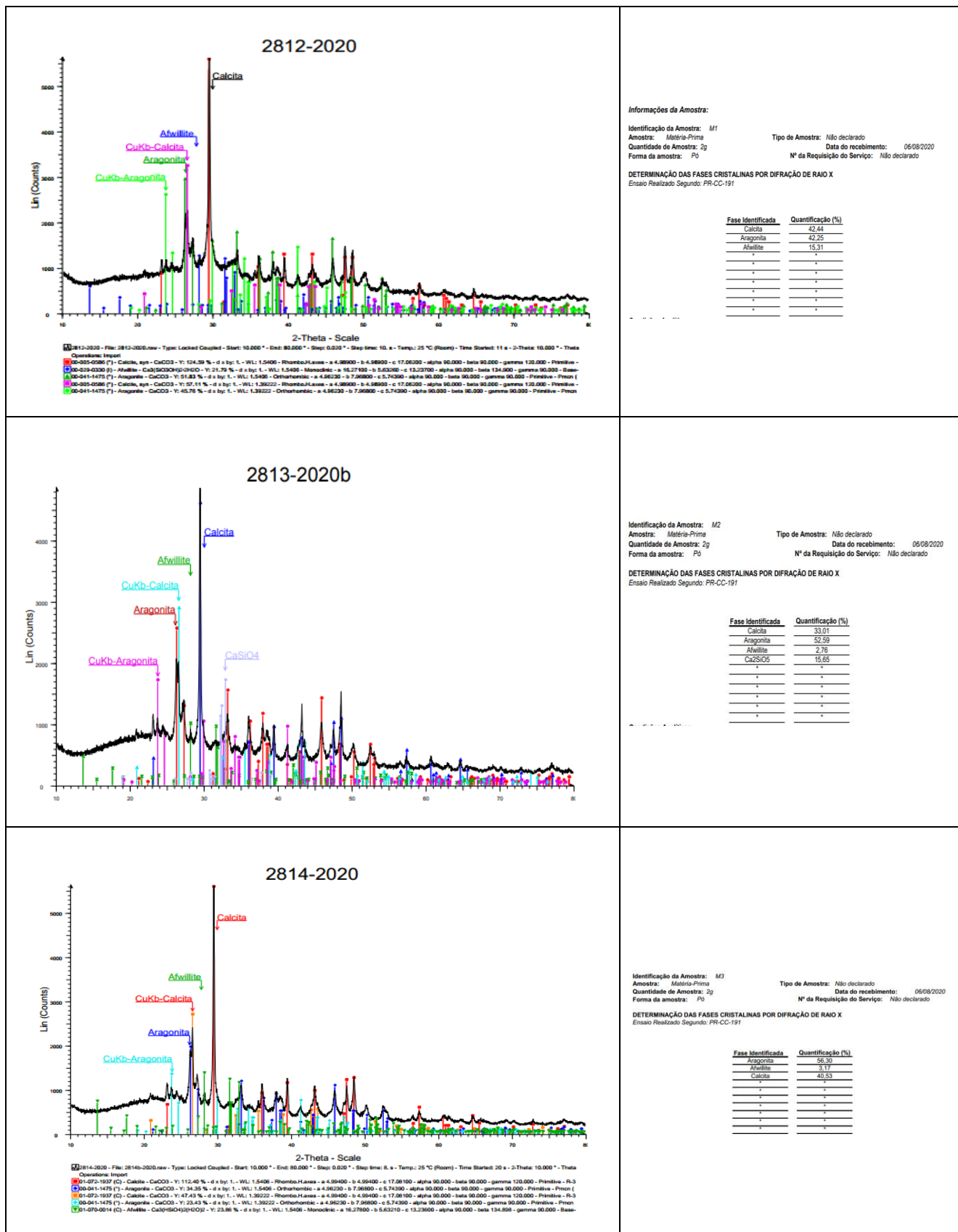


Figura 13 - Gráficos e laudos da natureza cristalina da deposição mineral dos corpos de prova estudados pós-imersão de 28 dias em SBF utilizando DRX.

Legenda: M1= Bruto, M2= Moído, M3= Super moído

Fonte: Elaborada pela Autora (2021).

6 DISCUSSÃO

O silicato tricálcico é um material sugerido na Endodontia para ser utilizado como cimento reparador no selamento de perfurações, obturações retrógradas em cirurgias pararendodônticas, no tratamento de ápice incompleto, tratamento conservador da polpa, e como cimento obturador de canal. Este pode ser acrescido ou não de outras substâncias para melhorar suas propriedades (ANDRADE *et al.*, 2018; CAMILLERI, 2011; CAMILLERI *et al.*, 2014; CAMILLERI; LAURENT; ABOUT, 2014; CAMILLERI; SORRENTINO; DAMIDOT, 2013; DUARTE *et al.*, 2018; QUEIROZ *et al.*, 2021; SUN *et al.*, 2021; WALSH *et al.*, 2018). O presente estudo optou por utilizar partículas de silicato tricálcico puras (*Mineral Research Processing, Meyzieu, França*), processadas em diferentes tamanhos, até a escala micrométrica, para que sirva de base para novas composições, uma vez que conseguimos, assim, avaliar seu comportamento sem a interferência de outros componentes.

6.1 CARACTERIZAÇÃO DO PÓ DE SILICATO DE CÁLCIO

A diminuição do tamanho de partículas foi realizada com base em estudos que afirmam que a superfície de micropartículas possui maior reatividade em comparação com partículas maiores (CELIK, 2009; BIRGISSON *et al.*, 2012; TENNIS; JENNINGS, 2000), melhorando assim o seu manuseio e diminuindo o tempo de presa (HA *et al.*, 2015). Em adição, partículas menores, com tamanho médio de até 10 μm , conferem alta resistência mecânica à fratura (ALLEN, 1990; LIU *et al.*, 2003). O silicato tricálcico é responsável pela presa e resistência em estágios iniciais de hidratação do cimento Portland (BENTZ *et al.*, 1999; BULLARD *et al.*, 2011; CUESTA *et al.*, 2018; GARRAUT; BEHR; NONAT, 2006). Dessa maneira, quanto maior for a área de superfície para que a reação possa ocorrer, maior será a resistência. Danesh *et al.* (2006) encontraram maiores valores no teste de microdureza do cimento MTA ProRoot comparado ao cimento Portland por apresentar menor tamanho de partícula. Quando se comparou os cimentos reparadores à base de silicato de cálcio, MTA ProRoot na cor branca e cinza, o

branco apresentou menor tamanho de partícula, promovendo melhores propriedades físico-químicas e mais rápida hidratação (SAGHIRI *et al.*, 2014).

A redução do tamanho de partículas através da moagem em moinho planetário de alta energia utilizando microesferas é um método bastante difundido devido à sua simplicidade, baixo custo e por ser capaz de produzir grandes volumes para aplicações industriais (LEMINE, 2014). Esse método utiliza a força de aceleração centrífuga, em vez da gravitacional. Com isso, o processo se torna mais eficiente, além de utilizar menor período de tempo. Fatores inerentes ao moinho que incluem o tempo e a velocidade de moagem, bem como o tamanho das esferas e a proporção de sólido/solvente influenciam nas propriedades das partículas resultantes (PATNAIK *et al.*, 2017).

Os moinhos de esferas são rotineiramente usados na indústria farmacêutica na produção de drogas nanoparticuladas (ALSHORA *et al.*, 2019). Essas esferas podem ser de zircônia, alumina ou vidro, materiais que evitam a contaminação do produto a ser moído. As de zircônia se mostram a melhor alternativa, tendo como principais vantagens a elevada vida útil, a perfeição na forma e o baixo custo (DAVILA; GUERRERO; ALVAREZ, 2012, JO *et al.*, 2014).

Em nosso estudo, foi possível, a uma rotação de 300 rpm e a partir do silicato bruto, com tamanho de partículas de 5 μm , produzir dois tamanhos médios distintos de partículas, 2,79 μm com 1 h de moagem, considerado como moído, e 0,82 μm com 2 h de moagem, considerado supermoído. Voicu *et al.* (2016) utilizaram moinho de esferas com rotação de 150 rpm para a moagem de partículas de cimentos à base de silicato de cálcio produzidos pelo grupo e conseguiram partículas com 10,77 e 15,03 μm . Não foram encontrados na literatura, artigos que apresentassem partículas menores que as produzidas nesse estudo (BALBINOT *et al.*, 2020; HA; KAHLER; WALSH, 2014; KOMABAYASHI; SPÅNGBERG, 2008a,b; SAGHIRI *et al.*, 2012; WALSH *et al.*, 2018).

Komabayashi e Spångberg (2008a) citam que os túbulos dentinários apresentam diâmetro que medem entre 2 e 5 μm , dessa forma, partículas de silicato tricálcico do grupo moído e supermoído poderiam penetrar nestes túbulos, favorecendo a adesão dentinária. Quanto menor for a partícula do cimento, maior a penetração nos túbulos dentinários (MC MICHAEL *et al.*, 2016).

Ha *et al.* (2015), utilizando o mesmo modelo de equipamento de difração a laser utilizado nesse estudo, verificou que a maior parte das partículas do ProRoot MTA medem entre 1,13 e 4,30 μm , e do MTA da Angelus entre 4,15 e 42,55 μm .

O tamanho de partícula entre 1-10 μm do ProRoot MTA cinza também foi reportado por Lee *et al.* (2004). Komabayashi e Spångberg (2008b) avaliaram o tamanho das partículas dos cimentos ProRoot MTA, MTA Angelus cinza e branco e o cimento de Portland por meio do analisador de fluxo de partículas. Na sua maior proporção, o cimento de Portland foi o que apresentou maior número de partículas maiores, entre 6 e 10 μm . Os cimentos Angelus e ProRoot apresentaram maior quantidade de partículas pequenas, entre 1,5 e 3 μm , sendo maior para o MTA Angelus.

A densidade de um material está relacionada à sua resistência, e é influenciada pela porosidade do mesmo (AKINCI; SIMSEK; AYDINBELGE, 2020). A densidade refere-se à relação entre massa e volume, já a porosidade refere-se à porção do material não ocupada por sólidos. Dessa forma, quanto mais elevada for a densidade do material, maior será sua compactação e menor sua porosidade total (CUESTA *et al.*, 2018).

Porosidade e outros defeitos microestruturais reduzem a resistência do material à medida que microfissuras aparecem e se espalham dentro do mesmo, diminuindo sua durabilidade (AKINCI; SIMSEK; AYDINBELGE, 2020). Após ocorrer a reação de hidratação do cimento à base de silicato de cálcio, a porosidade diminui com o tempo e sua resistência mecânica melhora (VILLAT *et al.*, 2010).

De acordo com a NBR 8.953 (ABNT, 2015), concretos para fins estruturais apresentam valores de densidade entre 2,0 e 2,8 g/cm^3 . A densidade do cimento Portland é de 2,8 g/cm^3 (CAMPOS *et al.*, 2019). A densidade do silicato tricálcico puro estudado, independentemente do tamanho das partículas, foi de 3,139 g/cm^3 , sendo considerado um material denso.

Por meio do aparelho DRX, foi possível a identificação de picos de silicato tricálcico (ICDD: 031-0301) nos três diferentes tamanhos.

A morfologia e a superfície do pó de silicato foram avaliadas por meio do MEV. Foram observadas partículas irregulares para os grupos. Partículas de menor tamanho puderam ser observadas nos grupos moído e supermoído, mostrando maior aglomeração, devido à alta reação de superfície das mesmas.

Camilleri, Sorrentino e Damidot (2013) caracterizaram, através do MEV e DRX, o silicato tricálcico (80%) misturado com 20% de óxido de zircônia utilizado como radiopacificador. Foi possível a identificação de picos cristalinos de silicato tricálcico. Também foi observado, através do MEV, porosidades que os autores associaram à incompleta sinterização de pequenos cristais do óxido de zircônia.

Quanto maior for a área de superfície, maior será a área de reação de hidratação do material (BJÖRNSTRÖM *et al.*, 2004, HA *et al.*, 2015). Foi utilizado o método BET de adsorção e dessorção de nitrogênio para avaliar a área de superfície. Segundo Cessa *et al.* (2009), este método apresenta resultados mais exatos que outros métodos empregados. Partículas do grupo moído e supermoído apresentaram maior área superficial (12,22 e 15,84 m²/g respectivamente). Balbinot *et al.* (2020) desenvolveram partículas de silicato tricálcico puro pelo processo sol gel, e através do método BET, observaram área de superfície de 9,53 m²/g. Em outro estudo de desenvolvimento de um silicato, o mesmo grupo de pesquisadores conseguiu uma área de superfície de 15,14 m²/g (DE CESARE *et al.*, 2021).

Camilleri; Sorrentino e Damidot (2013), através do método BET, observaram área de superfície de 2,8 m²/g para o Biodentine e 1,03 m²/g para o MTA da Angelus. Em outro trabalho, no mesmo ano, mostraram também valores de 1,53 m²/g para o MTA Plus e 0,98 m²/g para o ProRoot MTA (CAMILLERI; FORMOSA; DAMIDOT, 2013). Em 2015, obtiveram valor de 9,32 m²/g para o Bioagreggate (CAMILLERI; SORRENTINO; DAMIDOT, 2015). Saghiri *et al.* (2012) desenvolveram um cimento à base de silicato tricálcico chamado Nano White MTA cuja área de superfície foi de 7,8 ± 1,2 m²/g.

Foi possível observar, após a caracterização, que as partículas de silicato de cálcio utilizadas nesse estudo apresentaram características de pureza, tamanho, forma, densidade e área de superfície ideais para serem utilizadas em associação a outros componentes na formulação de novos cimentos reparadores e obturadores de canais radiculares.

6.2 HIDRATAÇÃO DAS PARTÍCULAS

A hidratação do silicato tricálcico inclui sua dissolução em água seguida pela nucleação e crescimento de silicato de cálcio hidratado e hidróxido de cálcio

(BULLARD *et al.*, 2011). O hidróxido de cálcio reage com o fosfato presente no tecido orgânico para a formação de apatita carbonatada e água. Essa água reage novamente com o silicato tricálcico gerando um processo que dura por mais de 30 dias (CAMILLERI; SORRENTINO; DAMIDOT, 2015). O processo de hidratação contínua do silicato tricálcico resulta na transformação da fase de gel em fase cristalina, reduzindo a porosidade e melhorando as propriedades mecânicas do cimento (HUAN; CHANG, 2007b). Assim, a porosidade e a resistência mecânica do material são inversas, e a resistência aumenta com o envelhecimento do material (CAMILLERI; LAURENT; ABOUT, 2014).

No teste-piloto de manipulação para padronizar a quantidade de água destilada para a hidratação do pó, a proporção de 0,66 mL/g foi a que melhor promoveu a incorporação do pó ao líquido, principalmente no grupo supermoído. Essa proporção foi maior do que aquelas utilizadas em outros estudos. Para o silicato tricálcico, Camilleri (2011) e Camilleri; Sorrentino e Damidot (2013) utilizaram a proporção de 0,35 mL/g.

Ainda, Camilleri *et al.* (2005) e Camilleri e Mallia (2011) utilizaram em seus estudos a proporção de 0,35 e 0,5 mL/g para o MTA ProRoot (CAMILLERI, 2007, 2008a). Fridland e Rosado (2003) definiram a taxa ideal para a mistura do MTA ProRoot em 0,33 mL/g.

Observou-se que, quanto maior o tamanho das partículas, mais fácil a incorporação do pó à água. Ocorre uma dificuldade em promover o molhamento das partículas menores pela tensão superficial da água. Os produtos formados pela espatulação promovem a aceleração da hidratação do material, que com isso tem sua manipulação dificultada (BJÖRNSTRÖM *et al.*, 2004, LIN *et al.*, 2008). Pouca água afeta a homogeneidade da mistura (AKINCI; SIMSEK; AYDINBELGE, 2020).

Prentice; Tyas e Burrow (2005) constataram efeito semelhante na manipulação de cimentos de ionômero de vidro com diferentes tamanhos de partículas. Fato esse também observado por Camilleri, Sorrentino e Damidot (2015) na hidratação do cimento MTA da Angelus. Quanto menor o tamanho das partículas, maior a reatividade e a porosidade, o que dificulta a incorporação do pó ao líquido. Bosso-Martelo *et al.* (2016), com o objetivo de melhorar a consistência na manipulação de cimentos à base de silicato de cálcio associados a radiopacificadores com alta área de superfície, aumentaram a proporção de água destilada.

Além da granulometria, os produtos formados após a hidratação são influenciados pela taxa pó/líquido, uso de outras soluções, pela maneira de incorporação do pó ao líquido durante a manipulação, incluindo a quantidade de bolhas de ar formadas na mistura, além de outros fatores, como temperatura e umidade relativa do ar (DANESH *et al.*, 2006). O aumento da taxa de água resulta em maior porosidade e redução de resistência ao cimento hidratado. Esses fatores influenciam na morfologia da superfície do material, que pode levar a uma maior retenção bacteriana (CAMILLERI; SORRENTINO; DAMIDOT, 2015; FARRUGIA *et al.*, 2018).

Para melhorar a consistência no momento da manipulação, Holland *et al.* (2007) hidrataram o pó do cimento ProRoot MTA com propilenoglicol e observaram comportamento biológico semelhante aos resultados obtidos com a água destilada. Duarte *et al.* (2012) também utilizaram o propilenoglicol no MTA Angelus acrescido ou não da água destilada, não havendo alteração no tempo de presa, pH e liberação de cálcio. Segundo Ha, Kahler e Walsh (2017), o cimento de ionômero de vidro pode ser considerado um cimento hidráulico por sofrer uma reação ácido/base aquosa e apresentar fluorsilicato alumínio-cálcio. Nomoto *et al.* (2004) sugerem a manipulação do cimento de ionômero de vidro em um mixer, que tem o potencial de reduzir os espaços de ar entre as partículas, levando a um melhor molhamento delas e resultando em uma massa mais homogênea.

O tempo de presa e a solubilidade do material, assim como sua resistência mecânica, são diretamente afetados pela quantidade de água na mistura (DUARTE *et al.*, 2018). Levando em consideração que foi utilizada uma quantidade maior de água para se conseguir a hidratação ideal do silicato tricálcico no estudo, e que as menores partículas tiveram maior taxa de degradação, a inclusão de um polímero ao líquido, a espatulação mecanizada e/ou outros procedimentos devem ser pensados para que possam permitir a diminuição da taxa água/pó.

6.3 ENSAIO BACTERIOLÓGICO

O teste de concentração inibitória mínima é definido como a mínima concentração necessária que uma substância deve apresentar para inibir o crescimento visível de um microrganismo após um período de tempo.

O *Enterococcus faecalis* é uma bactéria anaeróbica gram-positiva facultativa, encontrada em 5% das infecções endodônticas primárias e em 29 a 77% das infecções endodônticas persistentes (STUART *et al.*, 2006; SUNDQVIST; FIGDOR, 2003). É utilizado em estudos para avaliar a eficácia antimicrobiana de materiais utilizados na endodontia (STUART *et al.*, 2006, SWIMBERGHE *et al.*, 2019).

A ação antimicrobiana de cimentos à base de silicato de cálcio está relacionada à liberação de íons hidroxila advinda da dissociação iônica do hidróxido de cálcio (portlandita) proveniente da reação de hidratação do mesmo (ELDENIZ *et al.*, 2006; ESTRELA *et al.*, 2000, SIPERTE *et al.*, 2005). Porém, a viabilidade bacteriana também pode sofrer influência de íons íliska em ambiente de alto pH por promover precipitações de cálcio/ fosfato (ZEHNDER *et al.*, 2006).

O teste de concentração inibitória mínima mostrou que o silicato tricálcico apresentou atividade antibacteriana para os três grupos, porém as formas moída e supermoída apresentaram atividade antimicrobiana numa concentração de 0,0312 g/ 5 mL. Para o grupo bruto, maiores concentrações foram necessárias para essa atividade.

Fan *et al.* (2016) também observaram melhora na atividade antimicrobiana com a redução da granulometria, porém esses autores usaram a clorexidina incorporada a nanopartículas de silicato de cálcio por eles fabricadas. Rocha Júnior *et al.* (2017) testaram o cimento Portland após a presa, acrescido ou não de antibióticos, contra patógenos endodônticos, incluindo o *E. faecalis*, pelo teste de concentração Inibitória Mínima em diferentes concentrações e pelo método de difusão em ágar. O cimento de Portland não apresentou atividade antimicrobiana para os dois métodos, independente da concentração.

Al-Hezaimi *et al.* (2006), através do teste de diluição, obtiveram diferenças significativas no crescimento de *E. faecalis* entre o MTA ProRoot cinza e o branco. Independente da concentração e do período de tempo analisado, o MTA branco não apresentou resposta antibacteriana. Maiores períodos de tempo avaliados e maiores concentrações proporcionaram atividade antibacteriana para o MTA cinza. Os autores consideraram que a susceptibilidade da bactéria esteja ligada também à presença de óxidos de alumínio, magnésio e ferro.

6.4 TESTES FÍSICO-QUÍMICOS

6.4.1 Tempo de Presa

De acordo com a ISO 6876:2000, o uso da agulha do tipo Gillmore é o teste preconizado para medição de tempo de presa (PRIMUS; TAY; NIU,2019; ANSI-ADA 57, 2012).

A presa do cimento de silicato de cálcio está relacionada às reações químicas advindas entre os componentes anidros e a água. O tempo de presa é a diferença de tempo decorrido entre a hidratação do material e sua mudança para o estado sólido (ISO 6876:2001). O tempo de maturação ocorre posteriormente, com o amadurecimento da matriz do cimento, aumentando suas propriedades mecânicas (ANUSAVICE, 2005).

Considera-se um tempo de presa ideal do cimento quando, após a espatulação, se tenha um tempo de trabalho adequado, mas tão logo o material esteja em posição na cavidade, ocorra a mudança de fase. Um tempo de presa curto pode facilitar o selamento, enquanto um tempo de presa prolongado pode resultar no deslocamento do material na cavidade (CAMILLERI, 2008b; LEE *et al.*, 2004).

No presente estudo, partículas do grupo supermoído apresentaram menor tempo de presa (220 min) quando comparadas aos outros tamanhos de partículas estudadas (242 min para o grupo moído e 257 min para o grupo bruto). O cimento Portland por sua vez, possui tempo de presa que pode variar entre 152 a 256 min, dependendo do tipo. Dammaschke *et al.* (2005) citam que o tempo de presa do cimento Portland está relacionado a componentes reativos como o aluminato tricálcico, que reage com água para a formação de etringita, além de possuir também maior taxa de sulfato (DAMMASCHKE *et al.*, 2005).

Chen *et al.* (2009a), utilizando a norma ISO 9917-1, encontraram valores de 12 a 42 min para os cimentos de silicato de cálcio sintetizados pelos autores pela reação sol-gel. Esse resultado pode ser devido às diferentes proporções de SiO₂ e CaO utilizadas; a quantidade da fase β-Ca₂SiO₄ afeta a formação do gel de silicato de cálcio hidratado. Altas concentrações deste gel produzem mais rápida hidratação e menor tempo de presa. O material para uso odontológico tem um tempo de presa favorável quando assim que inserido na cavidade, mude seu estado evitando o deslocamento. O tempo de trabalho do cimento testado pelos autores está dentro do requerido para uso odontológico.

Zhao *et al.* (2005) sintetizaram partículas de silicato tricálcico pelo processo sol-gel e misturaram com água numa proporção líquido/ pó de 0,8 a 1,2 mL/g e utilizaram uma seringa para dispensar o material no local a ser aplicado. Conseguiram, através do uso desse aplicador, uma consistência favorável com as relações líquido/ pó estudadas. Verificaram também que o tempo de presa inicial caiu de 225 a 120 min nas proporções de 1,2 e 0,8 mL/g, respectivamente.

O silicato tricálcico avaliado nesse estudo, por apresentar tempo de presa elevado, terá que ser associado a outras substâncias que proporcionem menor tempo de presa.

Utilizando a metodologia proposta por *American Society for Testing and Materials*, ASTM C266-03, metodologia semelhante à da ISO 6876:2000, o tempo de presa inicial do MTA ProRoot cinza foi de aproximadamente 70 min, já o branco apresentou tempo de presa inicial de 45 min (CHNG *et al.*, 2005). Por outro lado, utilizando o mesmo teste, Jiménez-Sanchez; Segura-Egea e Díaz-Cuenca (2019) encontraram para o MTA ProRoot branco o tempo de presa inicial de 17 min. O MTA branco da Angelus apresentou 31 min (MARCIANO *et al.*, 2018). Bortoluzzi *et al.* (2009) e Akinci; Simsek e Aydinbelge (2020) relataram a presença de sulfato de cálcio na composição do MTA ProRoot em 5%, substância também presente no cimento Portland para a diminuição do tempo de presa. O MTA Angelus possui carbonato de cálcio (AKINCI; SIMSEK; AYDINBELGE, 2020), um acelerador de presa que, por conter cálcio, aumenta sua reação com o silicato tricálcico, formando maiores estruturas de silicato de cálcio hidratado (PLUSQUELLEC; NONAT, 2016). Também pode ter havido a influência da proporção líquido/ pó.

6.4.2 Degradação

O método utilizado para medir a degradação do silicato tricálcico foi o proposto por Daguano *et al.* (2018), no qual a porcentagem de massa perdida, após os espécimes ficarem imersos em solução, é calculada. Os corpos de prova utilizados nesse estudo foram submersos em solução Tris-HCl, de pH neutro, para que não sofressem a interferência de ambientes ácidos que pudessem acelerar a degradação (YAVARI *et al.*, 2013). Da mesma forma, não foram submersos em solução fisiológica, pois durante a degradação pode ocorrer a formação de apatita, e

consequente ganho de massa (SHIE *et al.*, 2009). Em função da saturação, a solução foi trocada a cada 5 dias, uma vez que a degradação é dependente não linear do grau de saturação do líquido (NICOLEAU; NONAT; PERREY, 2013).

A degradação está relacionada à lixiviação da fase portlandita (hidróxido de cálcio), uma vez que a matriz de sílica é insolúvel (FRIDLAND; ROSADO, 2003, 2005). Pode-se dizer que o cimento de silicato tricálcico pertence à classe de materiais que à medida que degradam exibem bioatividade, pois estimulam células osteoblásticas a proliferar e produzir novo tecido (HENCH; POLLAK, 2002; SIRIPHANON *et al.*, 2002; ZHAO; CHANG; ZHAI, 2008). Assim, o material degradável, bioativo e biocompatível é essencial para aplicações em regenerações teciduais. A degradação moderada a longo tempo é crucial para que não haja a sua inteira remoção, causando efeito negativo estrutural no corpo humano. A taxa de degradação e solubilidade de um material determina a liberação de íons em ambiente aquoso e permite a precipitação de apatita. Como o material é amorfo, seus íons estão mais disponíveis para estabelecer ligações iônicas com o meio externo (Niu *et al.*, 2015). Íons cálcio e silício liberados durante o processo de degradação podem promover a proliferação e diferenciação de células osteoblásticas com intuito de remineralização do tecido perdido (CHANG; ZHAI, 2008, LIU *et al.*, 2015, MA *et al.*, 2017, XU *et al.*, 2018; ZHANG *et al.*, 2021; ZHAO *et al.*, 2005, ZHAO *et al.*, 2008).

Os resultados mostraram que quanto menor o tamanho da partícula, maior a degradação sofrida pelo material. Após 28 dias, o grupo supermoído apresentou 46% de degradação, sendo diferente estatisticamente do grupo moído e bruto, com 40 e 39% de degradação, respectivamente. Esses valores revelaram que quanto mais rápida a reação de hidratação, mais rápido também acontece o processo de degradação. Isso pode não ser adequado para uso em situações clínicas em que se necessite o reparo dos tecidos, já que a degradação pode ocorrer em tempo menor que o de neomineralização. Por outro lado, a degradação do cimento promove o processo bioativo, que é o responsável por uma maior resistência do material haja vista a retenção micromecânica causada por precipitados ricos em cálcio e fosfato (HAN; OKJI, 2015; RODRIGUES *et al.*, 2021)

Huan e Chang (2007b, 2008a,b) avaliaram a degradação do silicato tricálcico por eles produzido pelo processo sol gel, numa proporção pó/líquido de 0,8 mL/g. Os autores não citam o tamanho das partículas produzidas. No estudo de Huan e

Chang (2007b), a degradação ficou na ordem de 80 a 90% quando colocada em solução Tris-HCl após 28 dias. Em Huan e Chang (2008a), a degradação foi testada com o corpo de prova em solução Ringer e ficou na ordem de 30%, por 21 dias. Huan e Chang (2008b) verificaram moderada degradação do material, por volta de 12%, quando imerso em solução fisiológica, por 28 dias. Os autores inferiram que essa degradação não interfere no processo de reparo, pois ocorre a deposição de tecido mineralizado onde este material será inserido.

Zhao *et al.*(2007) testaram a degradação do silicato tricálcico imerso em solução Ringer (solução com pH 7,4) e encontraram valores de degradação que aumentaram em função do tempo e chegaram ao final do período de teste (28 dias) com valores por volta de 10%. Os autores concluíram que o silicato tricálcico é um material degradável e solúvel na solução Ringer. No ano seguinte, a equipe testou o silicato tricálcico adicionado a sulfato de cálcio, material adicionado para diminuir o tempo de presa e aumentar as características de resistência do material, e o mesmo apresentou taxas de degradação por volta de 20% (ZHAO; CHANG; ZHAI, 2008).

Já o silicato dicálcico, presente no MTA ProRoot em 22,5% (CAMILLERI 2008a), no MTA Angelus em 8,4% (CAMILLERI; SORRENTINO; DAMIDOT, 2013) e no cimento Portland em 7,4% (CAMILLERI *et al.*, 2015), é responsável pela resistência à degradação ao longo do tempo.

Shie *et al.* (2009) avaliaram a degradação do ProRoot MTA branco imerso em solução fisiológica em diferentes pHs. As soluções com pH 4,0 e 6,4, após 7 dias, tiveram perda de peso de 2,2 e 1,4%, respectivamente. Porém, aos 30 dias, houve ganho de peso. Os autores consideraram que a perda de peso sofrida pelo cimento se deveu à degradação do material, enquanto em 30 dias houve formação de apatita, e por consequência o aumento no peso. Bortoluzzi *et al.* (2009) relataram que a adição de 10% de cloreto de cálcio ao MTA branco reduz sua solubilidade e degradação do material.

Novos cimentos à base de aluminossilicato de cálcio foram lançados no mercado, a fim de diminuir a degradação e solubilidade ácida de cimentos de silicato tricálcico (KRAMER *et al.*, 2014; WEI *et al.*, 2012). Na engenharia, rotineiramente são usadas substâncias com pequenas partículas de sílica ou metal para reagir com o hidróxido de cálcio e aumentar a resistência do cimento, assim como diminuir sua porosidade (CAMILLERI *et al.*, 2015). Porém, no âmbito odontológico, essas substâncias implicariam na diminuição da bioatividade do material.

6.4.3 Dissociação Iônica do Hidróxido de Cálcio: pH e liberação de íons cálcio

O cimento à base de silicato de cálcio vem sendo estudado por possuir capacidade de liberação de íons hidroxila e cálcio, provenientes do hidróxido de cálcio formado após a reação de hidratação. Quando em contato com fluidos fisiológicos, formam precipitados de fosfato de cálcio (apatitas), o que lhe confere a ação de bioatividade (BOZEMAN; LEMON; ELEAZER, 2006; GANDOLFI *et al.*, 2010; HAN; OKIJI, 2013; HAN; KODAMA; OKIJI, 2015; REYES-CARMONA; FELIPPE; FELIPPE, 2009; SARKAR *et al.*, 2005).

A alcalinidade do silicato tricálcico utilizado no estudo em meio à água deionizada, por meio de um pHmetro, foi utilizada para avaliar a liberação de íons hidroxila (TORABINEJAD *et al.*, 1995a). O uso da leitura de pH em água deionizada permite a medição por longos períodos de tempo (GHAZVINI *et al.*, 2009). Valores altos de pH foram observados nos diferentes tamanhos de partículas testados em todos os períodos experimentais (entre 10 e 12), mostrando continuidade do processo de dissociação iônica (GHAZVINI *et al.*, 2009). O grupo de partículas supermoídoapresentou maior valor de pH que o pó de silicato tricálcico bruto a partir do período de 24 h, evidenciando que, quanto menor a partícula, maior liberação de íons hidroxila. De fato, Yanamoto *et al.* (2017) citaram que a ionização de cimentos à base de silicato de cálcio depende dos tamanhos de partículas do material não hidratado, assim como sua densidade e distribuição. A estrutura da matriz do cimento pós-hidratação é responsável pela adsorção de água, solubilidade e permeabilidade.

Queiroz *et al.* (2021) avaliaram os valores de pH para o silicato tricálcico puro, com proporção pó/líquido de 0,33 g/mL, e obtiveram maiores valores de alcalinidade nos períodos iniciais (11,2), diminuindo em função do tempo, atingindo 8,7 aos 21 dias. Bosso-Martelo *et al.* (2016) obtiveram valores alcalinos para um cimento à base de silicato de cálcio por eles produzido, assim como para os cimentos Portland, MTA branco da Angelus, MTA ProRoot e MTA ProRoot cinza (CAMILLERI, 2010; GHAZVINI *et al.*, 2009; DUARTE *et al.*, 2012; ZANJANI *et al.*, 2017). Torabinejad *et al.* (1995a) encontraram valores altos de pH após a espatulação do MTAProRoot, 10,2, chegando a 12,5 após 3 h. Porém, os autores utilizaram discos com maior área de superfície, e a medida foi realizada no material antes da presa.

A dissociação de íons hidroxila e o conseqüente alto pH acelera a formação de apatita (LAZIC, 1995; MEYER; WEATHERALL, 1982) e diminui a dissolução do fosfato de cálcio formado pós-hidratação do cimento (DUARTE *et al.*, 2003).

Os íons cálcio foram medidos por meio de espectrômetro de massa com plasma indutivamente acoplado (ICP) em água deionizada. Os resultados obtidos do aparelho são expressos em ppm, não levando em consideração o tamanho do corpo de prova. Dessa forma, Koutroulis *et al.* (2019) sugerem o uso de um cálculo matemático para que os resultados sejam expressos em $\mu\text{g/g}$. Nesse sentido, nossos resultados podem ser comparados com poucos trabalhos. Os períodos analisados foram 24 h após a hidratação do silicato tricálcico e aos 28 dias, quando, segundo Camilleri; Sorrentino e Damidot (2015), o cimento atinge a presa final. O processo de reação pós hidratação, contudo, pode se continuar por um período longo de tempo, já que a água resultante da reação química de hidratação reage novamente com o silicato de cálcio formando novas fases. As características das reações químicas bem como as fases constituíntes são um processo complexo que ainda está sendo estudado (NIU *et al.*, 2014)

Os resultados obtidos mostraram que para os três tamanhos de partículas, houve presença de íons cálcio na solução. Houve aumento da concentração do mesmo com o passar do tempo para o grupo de partículas do material bruto, 3.563 $\mu\text{g/g}$ no período de 24 h e 4.720 $\mu\text{g/g}$ aos 28 dias.

Como as soluções não foram trocadas no período de tempo mencionado, as concentrações de íons cálcio deveriam ser cumulativas (KOUTROULIS *et al.*, 2019). A estabilidade da liberação de íons cálcio do grupo moído ao longo do tempo demonstra um equilíbrio na liberação de íons, já que não existe um consumo dos mesmos no nosso procedimento metodológico (DUARTE *et al.*, 2003). Para o grupo supermoído, houve pequena diminuição, de 3836,69 $\mu\text{g/g}$ em 24 h para 3262,39 $\mu\text{g/g}$ em 28 dias. Como não existe o consumo de íons, pode ter havido pequenas diferenças nas aferições de leitura durante o período testado.

Koutroulis *et al.* (2019), por meio do mesmo equipamento utilizado em nosso estudo, encontraram maiores quantidades de íons cálcio numa solução fisiológica balanceada, onde ficaram imersos corpos de prova de silicato tricálcico acrescido de 30% de radiopacificador, e menores concentrações em corpos de prova de silicato tricálcico acrescido de radiopacificador tungstênio de cálcio e 15% de microsilica, mostrando a diminuição de liberação de cálcio quando quantidades de silicato são

retiradas para a inclusão de outras substâncias químicas. Camilleri (2011) relatou efeito semelhante; com a adição de radiopacificador óxido de bismuto, houve menor formação de hidróxido de cálcio.

De acordo com Camilleri (2007, 2008a), tanto a biocompatibilidade como a bioatividade assumida pelos cimentos à base de silicato de cálcio advêm da liberação de íons cálcio no meio. Lazic (1995) complementa que, para ser bioativo, o material necessita liberar íons cálcio e ter alto pH. Essas características são pré-requisitos para que haja mineralização.

Fridland e Rosado (2003) identificaram cálcio e altos valores de pH na solução em que o cimento MTA ProRoot foi imerso por 24 h. Ressaltaram que o cálcio degradado é importante para o processo de mineralização *in vivo*. Os mesmos autores, em outro estudo, encontraram altos valores de pH para o MTA ProRoot por um longo período de tempo (78 dias). Os autores consideraram que a constante liberação de cálcio do cimento forma mais fases de hidróxido de cálcio (FRIDLAND; ROSADO, 2005).

Wan *et al.* (2005) encontraram, por meio do ICP, altas taxas de cálcio e sílica nas primeiras horas em que corpos de prova de cimentos à base de silicato de cálcio por eles sintetizados foram imersos em meio SBF. Os autores não detectaram a presença de fosfato nessas primeiras horas, mesmo estando imerso em solução fisiológica. Porém, 15 dias depois, as concentrações dos três íons tornaram-se constantes, indicando equilíbrio entre a dissolução do material e a formação da fase de fosfato de cálcio. Efeito semelhante foi conferido por Zhao *et al.* (2007).

Villat *et al.* (2010) mediram a resistividade de alguns materiais odontológicos. Também chamada de resistência elétrica específica, ela representa o quanto o material se opõe à passagem da corrente elétrica. O Biodentine apresentou taxas muito menores de resistividade que o ionômero de vidro Fuji em diferentes composições, indicando maior porosidade. Os autores concluíram que, clinicamente, essa porosidade significa a alta troca iônica do material com o ambiente, propriedade de materiais bioativos.

O processo de mineralização advindo de materiais bioativos é afetado por sua dissolução e o comportamento de liberação iônica. O tipo e a concentração de íons dependem da composição do material e suas ligações químicas. O meio onde o material é inserido também interage nesse processo (MOZAFARI *et al.*, 2019), e o

aumento da proporção pó/líquido resulta em maior liberação de íons cálcio (CAVENAGO *et al.*, 2014; KOUTROULIS *et al.*, 2019).

Considerando a proporção pó/ líquido utilizada nesse estudo e o tamanho das partículas, o alto pH e a presença de íons cálcio indicam a propriedade de bioatividade desse material.

6.5 TESTES DE BIOATIVIDADE

A bioatividade é a capacidade que o material tem de formar apatita em sua superfície quando este entra em contato com fluidos que contenham fosfato (TAY *et al.*, 2007). Segundo Hench e Ethridge (1982), a bioatividade compreende uma resposta biológica na interface do material, que resulta na formação de uma forte união entre os tecidos vivos e o mesmo.

É também uma característica de materiais que contenham silício. Os íons polissilicato, advindos da parcial dissolução em ambiente alcalino da fase de sílica gel, exercem um importante papel em cooperação com íons cálcio por favorecer sítios de nucleação de apatita sobre a superfície do silicato de cálcio hidratado (HUAN; CHANG, 2007, NIU *et al.*, 2014). A sílica aumenta o metabolismo celular e a taxa de crescimento ósseo (CARLISLE, 1970; ZHAO *et al.*, 2007). Além disso, existe uma equivalência biológica entre a apatita formada na superfície do material e a porção inorgânica do osso, permitindo assim que osteoblastos formem uma trama sobre a superfície dos cristais de apatita (HENCH, 1991; NIU *et al.*, 2014).

Os métodos preconizados para análise da bioatividade advinda da hidratação do material estudado compreendem as análises da deposição de fosfato de cálcio por meio do espectrofotômetro de micro Raman (TADDEI *et al.*, 2009) e MEV (CAMILLERI; SORRENTINO; DAMIDOT, 2013). Por meio do MEV, pode-se observar a presença da fase de silicato de cálcio hidratado. Pelo DRX, pode-se verificar a presença das fases cristalina e, por consequência, amorfa (PRIMUS; TAY; NIU, 2019).

A solução de SBF, utilizada para testar a bioatividade *in vitro* neste estudo, é uma solução que simula fluidos orgânicos, acelular e que possui concentração iônica e composição similares ao plasma humano (KOKUBO *et al.*, 1990, ISO 23.317-2).

As imagens obtidas da superfície do corpo de prova por meio do Raman, nos períodos experimentais pós-presença de 24 h, 7, 14 e 28 dias, confirmam a formação de fosfato de cálcio. Essa formação *in vitro* no cimento hidratado, após imersão em SBF, ficou evidente a partir de 7 dias, sendo mais expressiva no grupo supermoído nos períodos iniciais de avaliação, evidenciando a maior reatividade inicial desse grupo.

Através do MEV, por meio das imagens obtidas da superfície, foi possível observar, após 7 dias do material imerso em SBF, a formação de esferas distribuídas pela superfície do corpo de prova compatíveis com pequenas esferas compostas de cálcio e fosfato (DING; SHIEB; WANGA, 2009; ZHAO *et al.*, 2007). Aos 14 e 28 dias, depósitos compostos de esferas com grânulos em sua superfície foram observados, e camadas irregulares cobrindo o corpo de prova ficaram mais evidentes. Resultados semelhantes foram identificados por Zhou *et al.* (2013). O silicato tricálcico supermoído hidratado apresentou precipitados em períodos de tempo inferiores aos demais grupos, resultado semelhante encontrado na análise por Raman.

Essas formações são características de fosfato de cálcio amorfo, uma apatita ainda não organizada (LOTSARI *et al.*, 2018; TAY *et al.*, 2007). Isto explica as altas taxas da fase amorfa observadas na quantificação através do DRX em todos os grupos.

Coleman, Nicholson e Awosanya (2007), por meio do MEV, DRX e espectrofotômetro infravermelho de Fourier (FTIR), e Taddei *et al.* (2009), por meio do Raman, encontraram formações de fosfato de cálcio que os autores classificaram como apatita, a partir de 7 dias para o cimento Portland branco em solução fisiológica.

O fosfato de cálcio amorfo visualizado no MEV não foi detectado pelo DRX. Da mesma forma, as fases de silicato de cálcio hidratado, que também são amorfas, não foram visualizadas utilizando esse método (BASTURK *et al.*, 2018; CAMILLERI, 2008a; CAMILLERI; SORRENTINO; DAMIDOT, 2013; FORMOSA *et al.*, 2012; GRAZIOTIN-SOARES *et al.*, 2014). Apesar das micrografias apresentarem esferas características de fosfato de cálcio na superfície do material imerso em SBF, confirmado pelo micro Raman, nenhum pico ficou evidente no DRX. O MEV e Raman fazem a leitura da superfície do corpo de prova, enquanto o DRX necessita que o material seja moído para a realização de sua análise. Esse resultado pode

estar relacionado ao fato de essa substância precipitar-se na superfície do corpo de prova que está em contato com o fluido fisiológico (GANDOLFI *et al.*, 2011).

O hidróxido de cálcio advindo da reação de hidratação do cimento de silicato tricálcico reagiu e se transformou em carbonato de cálcio em SBF. Por meio do DRX, aos 28 dias, pôde-se verificar as formações cristalinas de aragonita (00-041-1475) e calcita (01-072-1937), nos três tamanhos de partículas testados, que fazem parte da formação do carbonato de cálcio. A esse processo dá-se o nome de carbonatação, e ocorre quando o dióxido de carbono do ar (BOHNER; LEMAITRE, 2009) ou o ácido carbônico do meio SBF (COLEMAN; NICHOLSON; AWOSANYA, 2007) reagem com o cálcio e formam a fase cristalina, que se precipita no material poroso. Como em tecidos humanos o ácido carbônico está presente em grandes quantidades, é possível que a proporção e a extensão da carbonatação excedam os limites da carbonatação *in vitro* (COLEMAN; NICHOLSON; AWOSANYA, 2007). Esse processo é inevitável em condições clínicas e experimentais (LEE *et al.*, 2017). Quando *in vivo*, o carbonato de cálcio apresenta boa adaptação óssea e biocompatibilidade (FUJITA *et al.*, 1991; MESCHI *et al.*, 2019; ZHAO *et al.*, 2005).

A difração de raios X permite distinguir claramente as fases romboédricas (Calcita) e ortorrômbicas (Aragonita) do composto carbonato de cálcio. Essas formações, porém, não ficaram evidentes quando utilizamos o Micro Raman. Foi utilizado em nosso estudo bandas na faixa de 960 cm^{-1} , evidenciando picos de fosfato. Meschi *et al.* (2019) evidenciaram carbonato de cálcio quando utilizaram bandas de 1088 cm^{-1} . Outros estudos que utilizaram diferentes faixas de banda encontraram a portlandita (360 cm^{-1}) (TADDEI *et al.*, 2009) e picos de grupo carbonato em hidroxiapatita na faixa de 1.070 cm^{-1} (MESCHI *et al.*, 2019). Num outro estudo, conduzido por AWONUSI, MORRIS e TECKLENBURG (2007), foi encontrado um tipo de apatita carbonatada nos picos 715 e 689 cm^{-1} .

A formação de carbonato de cálcio acontece quando a taxa cálcio/fosfato for maior que 1,67 (GOH *et al.*, 2013; SHEN *et al.*, 2015). De acordo com Mozafari *et al.* (2019), o meio com grande quantidade de íons cálcio possibilita a formação do carbonato de cálcio e a estrutura porosa do material colabora com sua dissolução e liberação de íons cálcio e hidroxila.

Formosa *et al.* (2012), convergindo com os nossos resultados, encontraram carbonato de cálcio em cimento de silicato tricálcico imersos em Solução Salina Balanceada de Hench (HBSS) após 28 dias, observados por meio do MEV e DRX.

Os autores consideraram que essa formação pode apresentar diferentes morfologias dependendo dos fatores encontrados no ambiente, e que essas formações também acontecem *in vivo*, pela interação do cimento com o plasma sanguíneo e fluidos tissulares.

Zhao *et al.* (2007) testaram partículas de silicato tricálcico puro imersas em SBF por meio do MEV e DRX e observaram formações de carbonato de cálcio em 3 dias. Os autores atribuíram essas formações ao processo de hidratação do silicato tricálcico. Após 7 dias houve também a formação de apatita. Wan *et al.* (2005) observaram formações de carbonato de cálcio 6 h após imersão em SBF e a formação de apatita carbonatada, além de carbonato de cálcio, aos 15 dias em cimentos à base de silicato de cálcio. Os mesmos acrescentaram ainda que, de acordo com seu experimento, formações de carbonato de cálcio apareceram incorporadas a formações de fosfato de cálcio em substituição a íons fosfato ou íons hidroxila na superfície do corpo de prova.

Acredita-se que exista uma formação de carbonato de cálcio no início do processo e que, após longo período de tempo, haja a formação de fosfato de cálcio amorfo que se torna apatita com a cristalização (LOTSARI *et al.*, 2018; SEAH *et al.*, 2009; TAY *et al.*, 2007). Dessa forma, existe um retardo no processo de bioatividade *in vitro*. Gandolfi *et al.* (2010) observaram formações de apatitas apenas após 180 dias dos corpos de prova de cimentos à base de silicato de cálcio imersos em HBSS.

Em menores quantidades foram encontrados afwillite (01-070-0014). O Afwillite é um silicato de cálcio hidratado que pode ser formado durante a reação do silicato tricálcico com água. É capaz de acelerar a taxa de reação e o grau de hidratação do silicato tricálcico (BELLMANN *et al.*, 2020).

O silicato tricálcico é conhecido por tratar-se de um material degradável, com baixa taxa de hidratação em função do tempo e por apresentar alto poder de formação de apatita sobre a superfície do cimento (ZHAO; CHANG, 2004; ZHAO *et al.*, 2005). A força decorrente da hidratação do cimento ocorre depois de 4 semanas (PRIMUS; TAY; NIU, 2019). A taxa de dissociação iônica, a taxa de formação de apatita e a dissolução, assim como a consequente perda de peso, devem ser compatíveis (DAGUANO *et al.*, 2019).

Nossos resultados tornaram evidente essa premissa, mostrando que a grande dissolução do cimento se deveu à formação de hidróxido de cálcio, substância

altamente solúvel em meio aquoso, com posterior formação de apatita carbonatada e carbonato de cálcio, demonstrando sua bioatividade. Partículas de menor tamanho apresentaram maior capacidade antimicrobiana, assim como maior reatividade num menor período de tempo. Cumpre notar que partículas menores se mostraram promissoras para a obtenção de um cimento obturador de canais radiculares.

Devido a necessidade de maior proporção líquido/ pó para a hidratação de partículas menores, e os consequentes efeitos deletérios deste aumento, sugere-se a mistura dos tamanhos de partículas estudadas a fim de se possibilitar a obtenção de um cimento com melhores propriedades físico químicas e biológicas.

7 CONCLUSÕES

Através do presente estudo, foi possível a obtenção de dois diferentes tamanhos de partículas de silicato tricálcico puro, a partir do original bruto. Os três tamanhos estudados, bruto, moído e supermoído, apresentaram boas propriedades bacteriológicas, de bioatividade e físico-químicas.

- O cimento de silicato tricálcico puro mostrou-se ser um material degradável, em especial o de partículas menores;
- Partículas de tamanhos menores apresentaram melhor propriedade antimicrobiana, menor tempo de presa, comprovado pela sua maior área de superfície, que o material bruto;
- Os três grupos estudados apresentaram alto pH após imersão em água deionizada, mantendo-se alto por longo período de tempo (28 dias);
- Todos os grupos mostraram formações de fosfato de cálcio evidenciadas pelo Raman e MEV, com maior formação em 14 dias para o grupo de partículas supermoídas;
- Todos os grupos mostraram formações de carbonato de cálcio e altas taxas de substâncias em estado amorfo após 28 dias, mostrando a continuidade de processos físico-químicos após esse período de tempo;
- As partículas menores se mostraram promissoras para a obtenção de um cimento obturador de canais radiculares com cones de guta percha.

Novos estudos devem ser realizados para a obtenção de um cimento reparador ou obturador com base no silicato tricálcico estudado, principalmente com a adição de outras substâncias, como radiopacificadores, substâncias que proporcionem menor degradação e maior resistência, conferindo menor proporção pó/ líquido e, conseqüentemente, menor tempo de presa.

REFERÊNCIAS

ABDALLA, M. M. *et al.* A novel, doped calcium silicate bioceramic syn the sized by sol-gel method: Investigation of setting time and biological properties. **J. Biomed. Mater. Res. B Appl. Biomater. [Online]**, Hoboken, v. 108, n. 1, p. 56-66, Jan. 2020. DOI: <https://doi.org/10.1002/jbm.b.34365>. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/epdf/10.1002/jbm.b.34365>. Acesso em: 14 jun. 2021.

AGRAFIOTI, A. *et al.* Interaction of dental pulp stem cells with Biodentine and MTA after exposure to different environments. **J. Appl. Oral Sci. [Online]**, Bauru, v. 24, n. 5, p. 481-486, Sep.-Oct. 2016. DOI: <https://doi.org/10.1590/1678-775720160099>. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/jaos/a/xQtrZkzSK8Xc4QLFmFDfvjK/?format=pdf&lang=en>. Acesso em: 14 jun. 2021.

AHMAD, P.; ELGAMAL, H. A. M. Citation Classics in the Journal of Endodontics and a Comparative Bibliometric Analysis with the Most Downloaded Articles in 2017 and 2018. **J. Endod. [online]**, New York, v. 46, n. 8, p. 1.042-1.051, Aug. 2020. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.joen.2020.04.014>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S009923992030306X?via%3Dihub>. Acesso em: 14 jun. 2021.

AKINCI, L.; SIMSEK, N.; AYDINBELGE, H. A. Physical properties of MTA, BioAggregate and Biodentine in simulated conditions: a micro-CT analysis. **Dent. Mater. J. [online]**, Tokyo, v. 39, n. 4, p. 601-607, Aug. 2020. DOI: <https://doi.org/10.4012/dmj.2018-429>. Disponível em: https://www.jstage.jst.go.jp/article/dmj/39/4/39_2018-429/_pdf/-char/en. Acesso em: 14 jun. 2021.

AL-HEZAIMI, K. *et al.* Antibacterial effect of two mineral trioxide aggregate (MTA) preparations against *Enterococcus faecalis* and *Streptococcus sanguis* in vitro. **J. Endod. [online]**, New York, v. 32, n. 11, p. 1.053-1.056, Nov. 2006. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.joen.2006.06.004>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0099239906005656?via%3Dihub>. Acesso em: 14 jun. 2021.

AL-RABEAH, E.; PERINPANAYAGAM, H.; MACFARLAND, D. Human alveolar bone cells Interact with ProRoot and tooth-colored MTA. **J. Endod. [online]**, New York, v. 32, n. 9, p. 872-875, Sep. 2006. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.joen.2006.03.019>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0099239906003086?via%3Dihub>. Acesso em: 14 jun. 2021.

ALSHORA, D. *et al.* Defining the process parameter affecting the fabrication of rosuvastatin calcium nanoparticles by planetary ball mill. **Int. J. Nanomedicine [Online]**, Auckland, v. 14, p. 4.625-4.636, Jun. 2019. DOI: <https://doi.org/10.2147/IJN.S207301>. Disponível em:

<https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pmc/articles/PMC6603996/pdf/ijn-14-4625.pdf>. Acesso em: 14 jun. 2021.

AMERICAN NATIONAL STANDARD. AMERICAN DENTAL ASSOCIATION (ANSI/ADA). **Specification n. 57 for Endodontic Sealing Materials**. Modified adoption of ISO 6876:2000 - Dental root canal sealing materials. Chicago: Reaffirmed by ANSI: August 2012. Disponível em: <https://www.iso.org/obp/ui/#iso:std:iso:6876:ed-3:v1:en>. Acesso em: 14 jun. 2021.

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. **ISO 6876**: Dentistry- Root canal sealing materials: Médecine bucco-dentaire - Matériaux de scellementdescanaux. Geneva, 2000. 8p.

ANUSAVICE, K. J. **Phillips Materiais Dentários**. 11. ed. Rio de Janeiro: Elsevier, 2005.

ASGARY, S. *et al.* A qualitative X-ray analysis of White and grey mineral trioxide aggregate using compositional imaging. **J. Mater. Sci. Mater. Med. [online]**, London, v. 17, n. 2, p. 187-191, Feb. 2006. DOI: <https://doi.org/10.1007/s10856-006-6823-3>. Disponível em: <https://www.mdpi.com/2306-5354/4/1/15/htm>. Acesso em: 20 jul. 2021.

ASGARY, S. *et al.* The properties of a new endodontic material. **J. Endod. [online]**, New York, v. 34, n. 8, p. 990-993, Aug. 2008. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.joen.2008.05.006>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S009923990800407X?via%3Dihub>. Acesso em: 14 jun. 2021.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 8953**: Concreto para fins estruturais - Classificação pela massa específica, por grupos de resistência e consistência. Rio de Janeiro, 2015. 8p.

AWONUSI, A.; MORRIS, M. D.; TECKLENBURG, M. M. J. Carbonate assignment and calibration in the Raman spectrum of apatite. **Calcif. Tissue. Int. [online]**, Berlim, v. 81. n. 1, p. 46-52, Jul. 2007. DOI: <https://doi.org/10.1007/s00223-007-9034-0>. Disponível em: <https://link.springer.com/content/pdf/10.1007/s00223-007-9034-0.pdf>. Acesso em: 20 jul. 2021.

BAINO, F.; FIORILLI, S.; VITALE-BROVARONE, C. Composite Biomaterials Based on Sol-Gel Mesoporous Silicate Glasses: a review. **Bioengineering [online]**, Basel, v. 4, n. 1, Art. 15, Feb. 2017. DOI: <https://doi.org/10.3390/bioengineering4010015>. Disponível em: <https://www.mdpi.com/2306-5354/4/1/15/htm>. Acesso em: 20 jul. 2021.

BALBINOT, G. S. *et al.* Synthesis of sol-gel derived calcium silicate particles and development of a bioactive endodontic cement. **Dent. Mater. [online]**, Oxford, v. 36, n. 1, p. 135-144, Jan. 2020. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.dental.2019.11.004>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0109564119309042>. Acesso em: 20 jul. 2021.

BASTURK, F. B. *et al.* X-ray diffraction analysis of MTA mixed and placed with various techniques. **Clin. Oral. Investig. [online]**, Berlin, v. 22, n. 4, p. 1.675-1.680, May 2018. DOI: <http://dx.doi.org/10.1007/s00784-017-2241-9>. Disponível em: <https://link.springer.com/content/pdf/10.1007/s00784-017-2241-9.pdf>. Acesso em: 14 jun. 2021.

BELLMANN, F. *et al.* Basic mechanisms of afwillite seeding for acceleration of tricalcium silicate hydration. **Cem. Concr. Res. [online]**, Oxford, v. 132, n. 11, Art. 106.030, [9f.], Jun. 2020. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2020.106030>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S000888461931422X?via%3Dihub>. Acesso em: 20 jul. 2021.

BENTZ, D. P. *et al.* Effects of cement particle size distribution on performance properties of Portland cement-based materials. **Cem. Concr. Res. [online]**, Oxford, v.29, n. 10, p. 1.663-1.671, Oct. 1999. DOI: [https://doi.org/10.1016/S0008-8846\(99\)00163-5](https://doi.org/10.1016/S0008-8846(99)00163-5). Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0008884699001635>. Acesso em: 20 jul. 2021.

BIRGISSON, B. *et al.* (orgs.). **Nanotechnology in Concrete Materials**: a synopsis. Transportation Research Circular E-C170. Washington, D.C.: Transportation Research Board, 2012. DOI: 10.17226/22672. Disponível em: <http://onlinepubs.trb.org/onlinepubs/circulars/ec170.pdf>. Acesso em: 20 jul. 2021.

BJÖRNSTRÖMA, J. *et al.* Accelerating effects of colloidal nano-silica for beneficial calcium–silicate–hydrate formation in cement. **Chem. Phys. Lett.[online]**, Amsterdam, v. 392, n. 1-3, p. 242-248, Jul. 2004. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.cplett.2004.05.071>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0009261404007730>. Acesso em: 20 jul. 2021.

BOHNER, M.; LEMAITRE, J. Can bioactivity be tested in vitro with SBF solution? **Biomaterials[Online]**, Auckland, v. 30, n. 12, p. 2.175-2.179, Apr. 2009. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.biomaterials.2009.01.008>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0142961209000167?via%3Dihub>. Acesso em: 14 jun. 2021.

BORTOLUZZI, E. A. *et al.* 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. [online]**, New York, v. 35, n. 4, p. 550-554, Apr. 2009. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.joen.2008.12.018>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0099239909000090?via%3Dihub>. Acesso em: 14 jun. 2021.

BOSSO-MARTELO, R. *et al.* Physicochemical properties of calcium silicate cements associated with microparticulate and nanoparticulate radiopacifiers. **Clin. Oral Investig. [Online]**, Berlin, v. 20, n. 1, p. 83-90, Jan. 2016. DOI: <https://doi.org/10.1007/s00784-015-1483-7>. Disponível em: <https://link.springer.com/content/pdf/10.1007/s00784-015-1483-7.pdf>. Acesso em: 14 jun. 2021.

BOZEMAN, T. B.; LEMON, R. R.; ELEAZER, P. D. Elemental analysis of crystal precipitate from gray and white MTA. **J. Endod. [online]**, New York, v. 32, n. 5, p. 425-428, May 2006. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.joen.2005.08.009>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0099239905000221?via%3Dihub>. Acesso em: 14 jun. 2021.

BRAMANTE, C. M. *et al.* Biocompatibility and setting time of CPM-MTA and white Portland cement clinker with or without calcium sulfate. **J. Appl. Oral Sci. [online]**, Bauru, SP, v. 21, n. 1, p. 32-36, Jan.-Feb. 2013. DOI: <https://doi.org/10.1590/1678-7757201302200>. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/jaos/a/zV9sjKrV6ZsNd4nzmFNpPPF/?lang=en>. Acesso em: 20 jul. 2021.

BRUNE, D.; SMITH, D. Microstructure and strength properties of silicate and glassionomer cements. **Acta Odontol. Scand. [online]**, Oslo, v. 40, n. 6, p. 389-396, 1982. DOI: <https://doi.org/10.3109/00016358209025112>. Disponível em: <https://www.tandfonline.com/doi/abs/10.3109/00016358209025112>. Acesso em: 14 jun. 2021.

BULLARD, J. W. *et al.* Mechanisms of cement hydration. **Cem. Concr. Res. [online]**, Oxford, v. 41, n. 12, p. 1.208-1.223, Dec. 2011. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2010.09.011>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0008884610002152>. Acesso em: 20 jul. 2021.

CAMILLERI, J. *et al.* The constitution of mineral trioxide aggregate. **Dent. Mater. [online]**, Oxford, v. 21, n. 4, p. 297-303, Apr. 2005. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.dental.2004.05.010>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0109564104001010?via%3Dihub>. Acesso em: 20 jul. 2021.

CAMILLERI, J. Hydration mechanisms of mineral trioxide aggregate. **Int. Endod. J. [Online]**, Oxford, v. 40, n. 6, p. 462-470, Jun. 2007. DOI: <https://doi.org/10.1111/j.1365-2591.2007.01248.x>. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1111/j.1365-2591.2007.01248.x>. Acesso em: 14 jun. 2021.

CAMILLERI, J. Characterization of hydration products of mineral trioxide aggregate. **Int. Endod. J. [Online]**, Oxford, v. 41, n. 5, p. 408-417, May 2008a. DOI: <https://doi.org/10.1111/j.1365-2591.2007.01370.x>. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1111/j.1365-2591.2007.01370.x>. Acesso em: 14 jun. 2021.

CAMILLERI, J. The physical properties of accelerated Portland cement for endodontic use. **Int. Endod. J. [Online]**, Oxford, v. 41, n. 2, p. 151-157, Feb. 2008b. DOI: <https://doi.org/10.1111/j.1365-2591.2007.01330.x>. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/epdf/10.1111/j.1365-2591.2007.01330.x>. Acesso em: 14 jun. 2021.

CAMILLERI, J. Characterization and hydration kinetics of tricalcium silicate cement for use as a dental biomaterial. **Dent. Mater. [online]**, Oxford, v. 27, n. 8, p. 836-844,

Aug. 2011. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.dental.2011.04.010>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0109564111001151?via%3Dihub>. Acesso em: 20 jul. 2021.

CAMILLERI, J. Mineral trioxide aggregate: presente and future developments. **Endod. Topics[Online]**, Oxford, v. 32, n. 1, p. 31-46, May 2015. DOI: <https://doi.org/10.1111/etp.12073>. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/epdf/10.1111/etp.12073>. Acesso em: 14 jun. 2021.

CAMILLERI, J.; FORMOSA, L.; DAMIDOT, D. The setting characteristics of MTA Plus in different environmental conditions. **Int. Endod. J. [Online]**, Oxford, v. 46, n. 9, p. 831-840, Sep. 2013. DOI: <https://doi.org/10.1111/iej.12068>. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/epdf/10.1111/iej.12068>. Acesso em: 14 jun. 2021.

CAMILLERI, J.; LAURENT, P.; ABOUT, I. Hydration of Biodentine, Theracal LC, and a prototype tricalcium silicate-based dentin replacement material after pulpcapping in entire tooth cultures. **J. Endod. [online]**, New York, v. 40, n. 11, p. 1.846-1.854, Nov. 2014. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.joen.2014.06.018>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0099239914005755?via%3Dihub>. Acesso em: 14 jun. 2021.

CAMILLERI, J.; MALLIA B. Evaluation of the dimensional changes of mineral trioxide aggregate sealer. **Int. Endod. J.[online]**, Oxford, v. 44, n. 5, p. 416-424, May 2011. DOI: <https://doi.org/10.1111/j.1365-2591.2010.01844.x>. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/epdf/10.1111/j.1365-2591.2010.01844.x>. Acesso em: 14 jun. 2021.

CAMILLERI, J.; SORRENTINO, F.; DAMIDOT, D. Investigation of th hydration and bioactivity ofr adiopacified tricalcium silicate cement, Biodentine and MTA Angelus. **Dent. Mater. [online]**, Oxford, v. 9, n. 5, p. 580-593, May 2013. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.dental.2013.03.007>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0109564113000559?via%3Dihub>. Acesso em: 14 jun. 2021.

CAMILLERI, J.; SORRENTINO, F.; DAMIDOT, D. Characterization of un-hydrated and hydrated BioAggregate™ and MTA Angelus™. **Clin. Oral Investig. [Online]**, Berlim, v. 19, n. 3, p. 689-698, Apr. 2015. DOI: <https://doi.org/10.1007/s00784-014-1292-4>. Disponível em: <https://link.springer.com/content/pdf/10.1007/s00784-014-1292-4.pdf>. Acesso em: 14 jun. 2021.

CAMPOS, H. F. *et al.* Determinação do teor ótimo de substituição do cimento Portland por pó de pedra usando métodos de empacotamento de partículas e análise do excesso de água na consistência de pastas. **Rev. Ibracon Estrut. Mater.**, Curitiba, v. 12, n. 2, p. 210-232, Mar.-Apr. 2019. DOI: <https://doi.org/10.1590/S1983-41952019000200002>. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/riem/a/X85sH9BPg8W7gd9B9nPKLSm/?lang=pt&format=pdf>. Acesso em: 14 jun. 2021.

CARLISLE, E. M. Silicon: a possible factor in bone calcification. **Science [online]**, New York, v. 167, n. 3.916, p. 279-280, Jan. 1970. DOI: <https://doi.org/10.1126/science.167.3916.279>. Disponível em:

<https://science.sciencemag.org/content/167/3916/279/tab-pdf>. Acesso em: 14 jun. 2021.

CARLSON, E. T. The decomposition of tricalcium silicate in the temperature range, 1,000°-1,300° C. **Bureau of Standards Journal of Research**, Washington, v. 7, p. 893-902, Aug. 1931.

CAVENAGO, B. C. *et al.* Influence of powder-to-water ratio on radiopacity, setting time, pH, calcium ion release and a micro-CT volumetric solubility of white mineral trioxide aggregate. **Int. Endod. J. [Online]**, Oxford, v. 47, n. 2, p. 120-126, Feb. 2014. DOI: <https://doi.org/10.1111/iej.12120>. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/epdf/10.1111/iej.12120>. Acesso em: 14 jun. 2021.

CESSA, R. M. A. *et al.* ÁREA SUPERFICIAL ESPECÍFICA, POROSIDADE DA FRAÇÃO ARGILA E ADSORÇÃO DE FÓSFORO EM DOIS LATOSSOLOS VERMELHOS. **R. Bras. Ci. Solo. [online]**, Viçosa, v. 33, n. 5, p. 1.153-1.162, Mar.-Apr. 2009. DOI: <https://doi.org/10.1590/S1983-41952019000200002>. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/rbcs/a/s4cjsPHrgDNd4tJpLj9YBqC/?lang=pt&format=pdf>. Acesso em: 14 jun. 2021.

CHANIOTIS, A. The use of MTA/blood mixture to induce hard tissue healing in a root fractured maxillary central incisor. Case report and treatment considerations. **Int. Endod. J. [Online]**, Oxford, v. 47, n. 10, p. 989-999, Oct. 2014. DOI: <https://doi.org/10.1111/j.1365-2591.2010.01708.x>. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/epdf/10.1111/iej.12237>. Acesso em: 14 jun. 2021.

CHEDELLA, S. C. V.; BERZINS, D. W. A differential scanning calorimetry study of the setting reaction of MTA. **Int. Endod. J. [Online]**, Oxford, v. 43, n. 6, p. 509-518, Jun. 2010. DOI: <https://doi.org/10.1111/j.1365-2591.2010.01708.x>. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/epdf/10.1111/j.1365-2591.2010.01708.x>. Acesso em: 14 jun. 2021.

CHEN, C.-C. *et al.* Physicochemical Properties of Calcium Silicate Cements for Endodontic Treatment. **J. Endod. [online]**, New York, v. 35, n. 9, p. 1288-1291, Sep. 2009a. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.joen.2009.05.036>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0099239909005068>. Acesso em: 14 jun. 2021.

CHEN, C.-C. *et al.* *In Vitro* bioactivity and biocompatibility of dicalcium silicate cements for endodontic use. **J. Endod. [online]**, New York, v. 35, n. 11 p. 1554-1557, Nov. 2009b. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.joen.2009.08.006>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0099239909007043>. Acesso em: 20 jul. 2021.

CHEN, Y. *et al.* Identification of a calcium-sensing receptor in human dental pulp cells that regulates mineral trioxide aggregate-induced mineralization. **J. Endod. [online]**, New York, v. 45, n. 7, p. 907-916, Jul. 2019. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.joen.2019.03.019>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0099239919302596?via%3Dihub>. Acesso em: 20 jul. 2021.

CHNG, H. K. *et al.* Properties of a new root-end filling material. **J. Endod. [online]**, New York, v. 31, n. 9, p. 665-668, Sep. 2005. DOI: <https://doi.org/10.1097/01.don.0000157993.89164.be>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0099239906610674?via%3Dihub>. Acesso em: 20 jul. 2021.

COLEMAN, N. J.; NICHOLSON, J. W.; AWOSANYA, K. A preliminary investigation of the in vitro bioactivity of white Portland cement. **Cem. Concr. Res. [online]**, Oxford, v. 37, n. 11, p. 1.518-1.523, Nov. 2007. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2007.08.008>. Disponível em: <http://www.sciencedirect.com/science/journal/00088846>. Acesso em: 20 jul. 2021.

COSTA, F.; GOMES, P. S.; FERNANDES, M. H. Osteogenic and angiogenic response to calcium silicate-based endodontic sealers. **J. Endod. [online]**, New York, v. 8, Art. 8.544, [11f.], Jan. 2018. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.joen.2015.09.020>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S009923991500895X?via%3Dihub>. Acesso em: 20 jul. 2021.

CUESTA, A. *et al.* Multiscale understanding of tricalcium silicate hydration reactions. **Sci. Rep.[online]**, London, v. 9, Art. n. 19.019, [10f.], 2018. DOI: <https://doi.org/10.1038/s41598-018-26943-y>. Disponível em: <https://www.nature.com/articles/s41598-018-26943-y.pdf>. Acesso em: 14 jun. 2021.

DAGUANO, J. K.M.B. *et al.* In vitro biocompatibility of new bioactive lithia-silicaglass-ceramics. **Mater. Sci. Eng. C Mater. Biol. Appl. [online]**, Amsterdam, v. 94, p. 117-125, Jan. 2019. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.msec.2018.09.006>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0928493117340213>. Acesso em: 14 jun. 2021.

DAMMASCHKE, T. *et al.* Chemical and physical surface and bulk material characterization of white ProRoot MTA and two Portland cements. **Dent. Mater. [online]**, Oxford, v. 21, n. 8, p. 731-738, Aug. 2005. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.dental.2005.01.019>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0109564105000631?via%3Dihub>. Acesso em: 14 jun. 2021.

DANESH, G. *et al.* Comparative study of selected properties of ProRoot mineral trioxide aggregate and two Portland cements. **Int. Endod. J. [Online]**, Oxford, v. 39, n. 3, p. 213-219, Mar. 2006. DOI: <https://doi.org/10.1111/j.1365-2591.2006.01076.x>. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/epdf/10.1111/j.1365-2591.2006.01076.x>. Acesso em: 14 jun. 2021.

DARVELL, B. W.; WU, R. C. T. "MTA"- an Hydraulic Silicate Cement: review update and setting reaction. **Dent. Mater. [online]**, Oxford, v. 27, n. 5, p. 407-422, May. 2011. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.dental.2011.02.001>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0109564111000182?via%3Dihub>. Acesso em: 14 jun. 2021.

DÁVILA, J. L.; GUERRERO, V. H.; ALVAREZ, C. Desenho e construção de um moinho de atrição para a obtenção de materiais cerâmicos, 2012. In: CONGRESSO

BRASILEIRO DE ENGENHARIA E CIÊNCIA DOS MATERIAIS - CBECIMAT, 20., Joinville/SC, 04 a 08 de Novembro de 2012. **Anais:** Joinville/SC, 2012. Disponível em: <http://docplayer.com.br/56617931-Desenho-e-construcao-de-um-moinho-de-atricao-para-a-obtencao-de-materiais-ceramicos.html>. Acesso em: 14 jun. 2021.

DAWOOD, A. E. *et al.* The physical properties and ion release of CPP-ACP-modified calcium silicate-based cements. **Aust. Dent. J. [online]**, Sydney, v. 60, n. 4, p. 434-444, Dec. 2015. DOI: <https://doi.org/10.1111/adj.12255>. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/epdf/10.1111/jicd.12195>. Acesso em: 14 jun. 2021.

DAWOOD, A. E. *et al.* Calcium silicate-based cements: composition, properties, and clinical applications. **J. Investig. Clin. Dent.[online]**, Richmond, v. 8, n. 2, e12195, May 2017. DOI: <https://doi.org/10.1111/jicd.12195>. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/epdf/10.1111/jicd.12195>. Acesso em: 14 jun. 2021.

DE CESARE, F. *et al.* A influência do tamanho de partícula na reação de presa de cimentos de silicate de cálcio produzidos por sol-gel. **Rev. Fac. Odontol. Porto Alegre (Online)**, Porto Alegre, v. 61, n. 1, 15f, 2021. Disponível em: <https://www.seer.ufrgs.br/RevistadaFaculdadeOdontologia/article/viewFile/108222/59692>. Acesso em: 14 jun. 2021.

DEBELIAN, G.; TROPE, M. The use of premixed bioceramic materials in endodontics. **G. Ital. Endod. [online]**, Verona, v. 30, n. 2, p. 70-80, 2016. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.biomaterials.2008.04.023>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1121417116300243>. Acesso em: 14 jun. 2021.

DING, S.-J.; SHIEB, M.-Y.; WANGA, C.-Y. Novel fast-setting calcium silicate boné cements with high bioactivity and enhanced osteogenesis *in vitro*. **J. Mater. Chem. [online]**, Cambridge, v. 8, n. 19, p. 1183-1190, Jan 2009. DOI: <https://doi.org/10.1039/B819033J>. Disponível em: <https://pubs.rsc.org/en/content/articlepdf/2009/jm/b819033j>. Acesso em: 14 jun. 2021.

DONNERMEYER, D. *et al.* Endodontic sealers based on calcium silicates: a systematic review. **Odontology [online]**, Tokyo, v. 107, n. 4, p. 421-436, Oct. 2019. DOI: 10.1007/s10266-018-0400-3. Disponível em: <https://link.springer.com/article/10.1007%2Fs10266-018-0400-3>. Acesso em: 14 jun. 2021.

DUARTE, M. A. H. *et al.* pH and calcium ion release of 2 root-end filling materials. **Oral Surg. Oral Med. Oral Pathol. Oral Radiol. Endod. [online]**, St. Louis, v. 95, n. 3, p. 345-347, Mar. 2003. DOI: <https://doi.org/10.1067/moe.2003.12>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1079210402916136?via%3Dihub>. Acesso em: 14 jun. 2021.

DUARTE, M. A. H. *et al.* Evaluation of the propyleneglycol association on some physical and chemical properties of mineral trioxide aggregate. **Int. Endod. J. [Online]**, Oxford, v. 45, n. 6, p. 565-570, Jun. 2012. DOI: <https://doi.org/10.1111/j.1365-2591.2012.02012.x>. Acesso em: 14 jun.2021.

DUARTE, M. A. H. *et al.* Tricalcium silicate-based cements: properties and modifications. **Braz. Oral Res. [online]**, São Paulo, SP, v. 32, Suppl. 1, e70, p. 111-118, Oct. 2018. DOI: <https://doi.org/10.1590/1807-3107bor-2018.vol32.0070>.

Disponível em:

<https://www.scielo.br/j/bor/a/yx47qhMWgNcFYV4XYsJnthM/?lang=en>. Acesso em: 14 jun. 2021.

DUTTA, A.; SAUNDERS, W. P. Calcium silicate materials in endodontics. **Dental Update [Online]**. London, v. 41, n. 8, p. 708-722, Oct. 2014. DOI:

<https://doi.org/10.12968/denu.2014.41.8.708>. Acesso em: 14 jun. 2021.

ELDENIZ, A. U. *et al.* Antibacterial effect of selected root-endfilling materials. **J. Endod. [online]**, New York, v. 32, n. 4, p. 345-349, Apr. 2006. DOI:

<https://doi.org/10.1016/j.joen.2005.09.009>. Disponível em:

<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0099239905000130?via%3Dihub>. Acesso em: 14 jun. 2021.

ESTRELA, C. *et al.* Mechanism of the action of calcium and hydroxyl ions of calcium hydroxide on tissue and bacteria. **Braz. Dent. J. [online]**, Ribeirão Preto, v. 6, n. 2, p. 85-90, 1995. Disponível em: <http://www.forp.usp.br/bdj/t0262.html>. Acesso em: 14 jun. 2021.

ESTRELA, C. *et al.* Antimicrobial evaluation of calcium hydroxide in infected dentinal tubules. **J. Endod. [online]**, New York, v. 25, n. 6, p. 416-418, Jun. 1999. DOI:

[https://doi.org/10.1016/S0099-2399\(99\)80269-6](https://doi.org/10.1016/S0099-2399(99)80269-6). Disponível em:

<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0099239999802696?via%3Dihub>. Acesso em: 14 jun. 2021.

ESTRELA, C. *et al.* Antimicrobial and chemical study of MTA, Portland cement, calcium hydroxide paste, Sealapex and Dycal. **Braz. Dent. J. [online]**, Ribeirão Preto, v. 11, n. 1, p. 3-9, jan./jun. 2000. Disponível em:

[https://www.forp.usp.br/bdj/bdj11\(1\)/t01111/t01111.html](https://www.forp.usp.br/bdj/bdj11(1)/t01111/t01111.html). Acesso em: 14 jun. 2021.

FAN, W. *et al.* Calcium-silicate mesoporous nanoparticles loaded with chlorhexidine for both anti- *Enterococcus faecalis* and mineralization properties. **J. Nanobiotechnology [online]**, London, v. 14, n. 72, [12f.], 2016. DOI:

<https://doi.org/10.1186/s12951-016-0224-7>. Disponível em:

<https://jnanobiotechnology.biomedcentral.com/track/pdf/10.1186/s12951-016-0224-7.pdf>. Acesso em: 14 jun. 2021.

FARRUGIA, M. E. *et al.* A physical and psychological approach to managing fatigue in myasthenia gravis: a pilot study. **J. Neuromuscul. Dis. [online]**, Amsterdam, v. 5, n. 3, p. 373-385, 2018. DOI: <https://doi.org/10.3233/JND-170299>. Acesso em: 14 jun. 2021.

FORBES, W. F.; GENTLEMAN, J. F. Risk factors, causality, and policy initiatives: the case of aluminum and mental impairment. **Exp. Gerontol. [online]**, Tarrytown, v. 33, n. 1-2, p. 141-154, Jan-Mar 1998. DOI: [https://doi.org/10.1016/S0531-5565\(97\)00061-2](https://doi.org/10.1016/S0531-5565(97)00061-2). Disponível em:

<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0531556597000612?via%3Dihub>. Acesso em: 20 jul. 2021.

FORMOSA, L. M. *et al.* The microstructure and surface morphology of radiopaque tricalcium silicate cement exposed to different curing conditions. **Dent. Mater.** [online], Oxford, v. 28, n. 5, p. 584-595, May 2012. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.dental.2012.02.006>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0109564110001612?via%3Dihub>. Acesso em: 14 jun. 2021.

FRIDLAND, M.; ROSADO, R. Mineral Trioxide Aggregate (MTA) Solubility and Porosity with Different Water-to-Powder Ratios. **J. Endod.** [online], New York, v. 29, n. 12, p. 814-817, Dec. 2003. DOI: <https://doi.org/10.1097/00004770-200312000-00007>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0099239905603810>. Acesso em: 14 jun. 2021.

FRIDLAND, M.; ROSADO, R. MTA solubility: a long term study. **J. Endod.** [online], New York, v. 31, n. 5, p. 376-379, May 2005. DOI: <https://doi.org/10.1097/01.don.0000140566.97319.3e>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0099239905601744?via%3Dihub>. Acesso em: 14 jun. 2021.

FRIGIONE, G.; MARRA, S. Relationship between particle size distribution and compressive strength in portland cement. **Cem. Concr. Res.** [online], Oxford, v. 6, n. 1, p. 113-127, Jan. 1976. DOI: [https://doi.org/10.1016/0008-8846\(76\)90056-9](https://doi.org/10.1016/0008-8846(76)90056-9). Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/0008884676900569>. Acesso em: 20 jul. 2021.

FUJITA, Y. *et al.* The bonding behavior of calcite to bone. **J. Biomed. Mater. Res.** [Online], Hoboken, v. 25, n. 8, p. 991-1.003, Aug. 1991. DOI: <https://doi.org/10.1002/jbm.820250806>. Acesso em: 20 jul. 2021.

FUNTEAS, U. R.; WALLACE, J. A.; FOCHTMAN, E. W. A comparative analysis of mineral trioxide aggregate and portland cement. **Aust. Endod. J.** [online], v. 29, n. 1, p. 43-44, Apr. 2003. Doi: 10.1111/j.1747-4477.2003.tb00498.x. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/epdf/10.1111/j.1747-4477.2003.tb00498.x>. Acesso em: 20 jul. 2021.

GANDOLFI, M. G. *et al.* Apatite formation on bioactive calcium-silicate cements for dentistry affects surface topography and human marrow stromal cells proliferation. **Dent. Mater.** [online], Oxford, v. 26, n. 10, p. 974-992, Oct. 2010. DOI: 10.1016/j.dental.2010.06.002. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0109564110001612?via%3Dihub>. Acesso em: 14 jun. 2021.

GANDOLFI, M. G. *et al.* Development of the foremost light-curable calcium-silicate MTA cement as root-end in oral surgery. Chemical-physical properties, bioactivity and biological behavior. **Dent. Mater. J.** [online], Tokyo, v. 27, n. 7, p. e134-e157, Jul. 2011. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.dental.2011.03.011>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0109564111000819?via%3Dihub>. Acesso em: 14 jun. 2021.

GOH, Y.-F. *et al.* *In vitro* study of nano-sized zinc doped bioactive glass. *Mater. Chem. Phys.* [online], Lausanne, Suíça, v. 137, n. 3, p. 1.031-1.038, Jan. 2013. DOI: <https://doi.org/101016/jmatchemphys201211022>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0254058412009637?via%3Dihub>. Acesso em: 20 jul. 2021.

GRAZZIOTIN-SOARES, R. Effect of bismuth oxide on white mineral trioxide aggregate: chemical characterization and physical properties. *Int. Endod. J.* [Online], Oxford, v. 47, n. 6, p. 520-533, Jun. 2014. DOI: <https://doi.org/10.1111/iej.12181>. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/epdf/10.1111/iej.12181>. Acesso em: 14 jun. 2021.

GHAZVINI, S. A. *et al.* Ion release and pH of a new endodontic cement, MTA and Portland cement. *Iran. Endod. J.* [online], Tehran, v. 4, n. 2, p. 74-78, Spring 2009. Disponível em: <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pmc/articles/PMC3740134/pdf/iej-04-74.pdf>. Acesso em: 14 jun. 2021.

GRECH, L.; MALLIA, B.; CAMILLERI, J. Characterization of set Intermediate Restorative Material, Biodentine, Bioaggregate and a prototype calcium silicate cement for use as root-end filling materials. *Int. Endod. J.* [Online], Oxford, v. 46, n. 7, p. 632-641, Jul. 2013. DOI: <https://doi.org/10.1111/iej.12039>. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/epdf/10.1111/iej.12039>. Acesso em: 14 jun. 2021.

GÜVEN, E. P. *et al.* *In vitro* comparison of induction capacity and biomineralization ability of mineral trioxide aggregate and a bioceramic root canal sealer. *Int. Endod. J.* [Online], Oxford, v. 46, n. 12, p. 1.173-1.182, Dec. 2013. DOI: <https://doi.org/10.1111/iej.12115>. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/epdf/10.1111/iej.12115>. Acesso em: 14 jun. 2021.

HA, W. *et al.* D 90: The strongest contributor to setting time in mineral trioxide aggregate and Portland cement. *J. Endod.* [online], New York, v. 41, n. 7, p. 1.146-1.150, Jul. 2015. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.joen.2015.02.033>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0099239915002113?via%3Dihub>. Acesso em: 14 jun. 2021.

HA, W.; KAHLER, B.; WALSH, L. J. Particle size changes in unsealed mineral trioxide aggregate powder. *J. Endod.* [online], New York, v. 40, n. 3, p. 423-426, Mar. 2014. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.joen.2008.12.016>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0099239913009448?via%3Dihub>. Acesso em: 14 jun. 2021.

HA, W.; KAHLER, B.; WALSH, L. J. Classification and nomenclature of commercial hygroscopic dental cements. *Eur. Endod. J.* [online], Istanbul, v. 2, n. 1, p. 1-10, Oct. 2017. DOI: <https://doi.org/10.5152/eej.2017.17006>. Disponível em: <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pmc/articles/PMC7757965/>. Acesso em: 22 jul. 2021.

HAKKI, S. S. *et al.* Effects of mineral trioxide aggregate on cell survival, gene expression associated with mineralized tissues, and biomineralization of cementoblasts. *J. Endod.* [online], New York, v. 35, n. 4, p. 513-519, Apr. 2009. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.joen.2008.12.016>. Disponível em:

<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0099239909000065?via%3Dihub>. Acesso em: 14 jun. 2021.

HAN, L.; OKIJI, T. Bioactivity evaluation of three calciumsilicate-based endodontic materials. **Int. Endod. J. [Online]**, Oxford, v. 46, n. 9, p. 808-814, Sep. 2013. DOI: <https://doi.org/10.1111/iej.12062>. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1111/iej.12062>. Acesso em: 14 jun. 2021.

HAN, S. K.; OKIJI, T. Evaluation of calcium-releasing and apatite-forming abilities of fast-setting calcium silicate-based endodontic materials. **Int. Endod. J. [Online]**, Oxford, v. 48, n. 2, p. 124-130, Feb. 2015. DOI: <https://doi.org/10.1111/iej.12062>. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1111/iej.12290>. Acesso em: 14 jun. 2021.

HENCH, L. L.; ETHRIDGE, E. C. **Biomaterials**: an interfacial approach. New York: Academic Pr, 1982. 384p.

HENCH, L. L. Bioceramics: from concept to clinic. **J. Am. Ceram. Soc. [online]**, Hoboken, v. 74, n. 7, p. 1487-1510, 1991. DOI: <https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.1991.tb07132.x>. Disponível em: http://ceramics.org/wp-content/uploads/2009/03/hench_bioceramics.pdf. Acesso em: 14 jun. 2021.

HOLLAND, R. *et al.* Reaction of rat connective tissue to implanted dentin tubes filled with mineral trioxide aggregate or calcium hydroxide. **J. Endod. [online]**, New York, v. 25, n. 3, p. 161-166, Mar. 1999. DOI: [https://doi.org/10.1016/s0099-2399\(99\)80134-4](https://doi.org/10.1016/s0099-2399(99)80134-4). Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0099239999801344?via%3Dihub>. Acesso em: 14 jun. 2021.

HOLLAND, R. *et al.* Influence of the type of vehicle and limit of obturation on apical and periapical tissue response in dogs' teeth after root canal filling with mineral trioxide aggregate. **J. Endod. [online]**, New York, v. 33, n. 6, p. 693-697, Jun. 2007. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.joen.2007.02.005> Acesso em: 20 jul. 2021.

HUAN, Z.; CHANG, J. Self-setting properties and in vitro bioactivity of calcium sulfate hemi hydrate-tricalcium silicate composite bone cements. **Acta Biomater. [Online]**, Oxford, v. 3, n. 6, p. 952-960, Nov. 2007a. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.actbio.2007.05.003>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1742706107000724?via%3Dihub>. Acesso em: 14 jun. 2021.

HUAN, Z.; CHANG, J. Novel tricalcium silicate /monocalcium phosphate monohydrate composite bone cement. **J. Biomed. Mater. Res. B Appl. Biomater. [online]**, Hoboken, USA, v. 82, n. 2, p. 352-359, Aug. 2007b. DOI: <https://doi.org/10.1002/jbm.b.30740>. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/epdf/10.1002/jbm.b.30740>. Acesso em: 14 jun. 2021.

HUAN, Z.; CHANG, J. Study on physicochemical properties and in vitro bioactivity of tricalcium silicate-calcium carbonate composite boné cement. **J. MaterSci. Mater Med. [Online]**, London, v. 19, n. 8, p. 2913-2918, Aug. 2008a. DOI:

<https://doi.org/10.1007/s10856-008-3423-4>. Disponível em:
<https://link.springer.com/content/pdf/10.1007/s10856-008-3423-4.pdf>. Acesso em: 14 jun. 2021.

HUAN, Z.; CHANG, J. Effect of sodium carbonate solution on self-setting properties of tricalcium silicate bone cement. **J. Biomater. Appl. [Online]**, Lancaster, v. 23, n. 3, p. 247-262, Nov. 2008b. DOI: <https://doi.org/10.1177/0885328208088714>. Disponível em: <https://journals.sagepub.com/doi/pdf/10.1177/0885328208088714>. Acesso em: 14 jun. 2021.

HUANG, G. T. J. A paradigm shift in endodontic management of immature teeth: Conservation of stem cells for regeneration. **J. Dent. [Online]**, Bristol, v. 36, n. 6, p. 379-386, Jun. 2008. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jdent.2008.03.002>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S030057120800078X?via%3Dihub>. Acesso em: 14 jun. 2021.

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. **ISO 6876**: Dentistry - Root canal sealing materials: Médecine bucco-dentaire - Matériaux de scellement des canaux. Geneva, 2000. 8p.

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. **ISO 6876**: Dentistry- Root canal sealing. 8p.

ISLAM, I.; CHNG, H. K.; YAP, A. U. J. materials: Médecine bucco-dentaire - Matériaux de scellement des canaux. Geneva, 2001 Comparison of the physical and mechanical properties of MTA and Portland Cement. **J. Endod. [online]**, New York, v. 32, n. 3, p. 193-197, Mar. 2006. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.joen.2005.10.043>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S009923990500083X?via%3Dihub>. Acesso em: 14 jun. 2021.

JAFARI, F.; JAFARI, S. Composition and physicochemical properties of calcium silicate based sealers: A review article. **J. Clin. Exp. Dent. [online]**, Valencia, v. 9, n. 10, p. e1249-e1255, Oct. 2017. DOI: <https://doi.org/10.4317/jced.54103>. Disponível em: <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pmc/articles/PMC5694156/>. Acesso em: 14 jun. 2021.

JIMÉNEZ-SÁNCHEZ, M. D. C.; SEGURA-EGEA, J. J.; DÍAZ-CUENCA, A. Higher hydration performance and bioactive response of the new endodontic bioactive cement MTA HP repair compared with ProRoot MTA white and NeoMTA plus. **J. Biomed. Mater. Res. B Appl. Biomater. [online]**, Hoboken, USA, v. 107, n. 6, p. 2.109-2.120, Aug. 2019. DOI: <https://doi.org/10.1002/jbm.b.34304>. Disponível em: <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pmc/articles/PMC5694156/>. Acesso em: 14 jun. 2021.

JITARU, S. *et al.* The use of bioceramics in endodontics: literature review. **Clujul. Med. [online]**, ClujNapoca, v. 89, n. 4, p. 470-473, 2016. DOI: <https://doi.org/10.15386/cjmed-612>. Disponível em: <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pmc/articles/PMC5111485/>. Acesso em: 14 jun. 2021.

JO, B.-W. *et al.* A novel sol-gel-derived calcium silicate cement with short setting time for application in endodontic repair of perforations. **Int. J. Nanomedicine [Online]**,

Auckland, v. 2014, art. 131.627, [9f.], Jan. 2014. DOI: <https://doi.org/10.1155/2014/131627>. Disponível em: <https://www.hindawi.com/journals/jnm/2014/131627/>. Acesso em: 14 jun. 2021.

KAPRALOS, V. *et al.* Antibacterial activity of endodontic sealers against planktonic bacteria and bacteria in biofilms. **J. Endod. [online]**, New York, v. 44, n. 1, p. 149-154, Jan. 2018. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.joen.2017.08.023>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0099239917309755?via%3Dihub>. Acesso em: 14 jun. 2021.

KATSAMAKIS, S. *et al.* Histological responses of the periodontium to MTA: a systematic review. **J. Clin. Periodontol. [online]**, Copenhagen, v. 40, n. 4, p. 334-344, Apr. 2013. DOI: <https://doi.org/10.1111/jcpe.12058>. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/epdf/10.1111/jcpe.12058>. Acesso em: 20 jul. 2021.

KAUP, M.; SCHÄFER, E.; DAMMASCHKE, T. An in vitro study of different material properties of biodentine compared to ProRoot MTA. **Head Face Med. [online]**, London, v. 11, n. 16, [8 fls], May 2015. DOI: <https://doi.org/10.1186/s13005-015-0074-9>. Disponível em: https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pmc/articles/PMC4424823/pdf/13005_2015_Article_74.pdf. Acesso em: 20 jul. 2021.

KAUR, G. *et al.* Review and the state of the art: Sol-gel and melt-quenched bioactive glasses for tissue engineering. **J. Biomed. Mater. Res. B Appl. Biomater. [Online]**, Hoboken, v. 104, n. 6, p. 1.248-1.275, Aug. 2016. DOI: <https://doi.org/10.1002/jbm.b.33443>. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/epdf/10.1002/jbm.b.33443>. Acesso em: 20 jul. 2021.

KEMETHMÜLLER, S. *et al.* Quantitative analysis of crystalline and amorphous phases in glass-ceramic composites like LTCC by the Rietveld method. **J. Am. Ceram. Soc. [online]**, Hoboken, v. 89, n. 8, p. 2.632-2.637, Aug. 2006. DOI: <https://doi.org/10.1111/j.1551-2916.2006.01113.x>. Disponível em: <https://ceramics.onlinelibrary.wiley.com/doi/epdf/10.1111/j.1551-2916.2006.01113.x>. Acesso em: 14 jun. 2021.

KENT, B. E.; WILSON, A. D. Dental silicate cements. XV. Effect of particle size of the powder. **J. Dent. Res. [online]**, Chicago, v. 50, n. 6, p. 1616-1620, Nov./Dec. 1971. DOI: <https://doi.org/10.1177/00220345710500064401>. Acesso em: 20 jul. 2021.

KHAN, A. S.; SYED, M. R. A review of bioceramics-based dental restorative materials. **Dent. Mater. J. [online]**, Tokyo, v. 38, n. 2, p. 163-176, Mar. 2019. DOI: <https://doi.org/10.4012/dmj.2018-039>. Disponível em: https://www.jstage.jst.go.jp/article/dmj/38/2/38_2018-039/_pdf/-char/en. Acesso em: 14 jun. 2021.

KIM, M. *et al.* Effect of ProRoot MTA® and Biodentine® on osteoclastic differentiation and activity of mouse bone marrow macrophages. **J. Appl. Oral Sci. [online]**, Bauru, SP, v. 27, art. e20180150, 2019. DOI: <https://doi.org/10.1590/1678-7757-2018-0150>.

Disponível em: <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pmc/articles/PMC6322722/pdf/1678-7765-jaos-27-e20180150.pdf>. Acesso em: 20 jul. 2021.

KIM, S. G. *et al.* Regenerative endodontics: a comprehensive review. **Int. Endod. J. [Online]**, Oxford, v. 51, n. 12, p. 1367-1388, Dec. 2018. DOI: <https://doi.org/10.1111/iej.12954>. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/epdf/10.1111/iej.12954>. Acesso em: 14 jun. 2021.

KNUDSEN, T. The dispersion model for hydration of portland cement I. General concepts. **Cem. Concr. Res. [online]**, Oxford, v. 14, n. 5, p. 622-630, Sep. 1984. DOI: [https://doi.org/10.1016/0008-8846\(84\)90024-3](https://doi.org/10.1016/0008-8846(84)90024-3). Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/0008884684900243>. Acesso em: 20 jul. 2021.

KOH, E. T. *et al.* Mineral trioxide aggregate stimulates a biological response in human osteoblasts. **J. Biomed. Mater. Res. [Online]**, Hoboken, v. 37, n. 3, p. 432-439, Dec. 1997. DOI: [https://doi.org/10.1002/\(SICI\)1097-4636\(19971205\)37:3<432::AID-JBM14>3.0.CO;2-D](https://doi.org/10.1002/(SICI)1097-4636(19971205)37:3<432::AID-JBM14>3.0.CO;2-D). Acesso em: 20 jul. 2021.

KOH, E. T. *et al.* Cellular response to mineral trioxide aggregate. **J. Endod. [online]**, New York, v. 24, n. 8, p. 543-547, Aug. 1998. DOI: [https://doi.org/10.1016/S0099-2399\(98\)80074-5](https://doi.org/10.1016/S0099-2399(98)80074-5). Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0099239998800745?via%3Dihub>. Acesso em: 14 jun. 2021.

KOKUBO, T. *et al.* Solutions able to reproduce in vivo surface-structure changes in bioactive glass-ceramic A-W3. **J. Biomed. Mater. Res. [Online]**, Hoboken, v. 24, n. 6, p. 721-734, Jun. 1990. DOI: <https://doi.org/10.1002/jbm.820240607>. Acesso em: 20 jul. 2021.

KOKUBO, T.; TAKADAMA, H. How useful is SBF in predicting *in vivo* bone bioactivity? **Biomaterials [Online]**, Auckland, v. 27, n. 15, p. 2.907-2.915, May 2006. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.biomaterials.2006.01.017>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0142961206000457>. Acesso em: 14 jun. 2021.

KOMABAYASHI, T.; SPÅNGBERG, L. S. W. Comparative analysis of the particle size and shape of commercially available mineral trioxide aggregates and Portland cement: a study with a flow particle image analyzer. **J. Endod. [online]**, New York, v. 34, n. 1, p. 94-98, Jan. 2008a. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.joen.2007.10.013>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0099239907009442?via%3Dihub>. Acesso em: 14 jun. 2021.

KOMABAYASHI, T.; SPÅNGBERG, L. S. W. Particle size and shape analysis of MTA finer fractions using portland cement. **J. Endod. [online]**, New York, v. 34, n. 6, p. 709-711, Jun. 2008b. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.joen.2008.02.043>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0099239908002069?via%3Dihub>. Acesso em: 14 jun. 2021.

KOUTROULIS, A. *et al.* The role of calcium ion release on biocompatibility and antimicrobial properties of hydraulic cements. **Sci. Rep. [online]**, London, v. 9, Art. n. 19.019, [10f.], Dec. 2019. DOI: <https://doi.org/10.1038/s41598-019-55288-3>. Disponível em: <https://www.nature.com/articles/s41598-019-55288-3>. Acesso em: 14 jun. 2021.

KRAMER, P. R. *et al.* Capping a pulpotomy with calcium alumino silicate cement: comparison to mineral trioxide aggregates. **J. Endod. [online]**, New York, v. 40, n. 9, p. 1.429-1.434, Sep. 2014. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.joen.2014.02.001>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0099239914001289?via%3Dihub>. Acesso em: 14 jun. 2021.

LAURENT, P. *et al.* Induction of specific cell responses to a Ca(3)SiO(5)-based posterior restorative material. **Dent. Mater. [online]**, Oxford, v. 24, n. 11, p. 1.486-1.494, Nov. 2008. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.dental.2008.02.020>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0109564108000766?via%3Dihub>. Acesso em: 14 jun. 2021.

LAZIC, S. Microcrystalline hidroxyapatite formation from alkaline solutions. **J. Cryst. Growth. [Online]**, Amsterdam, v. 147, n. 1-2, p. 147-1554, Jan. 1995. DOI: [https://doi.org/10.1016/0022-0248\(94\)00587-7](https://doi.org/10.1016/0022-0248(94)00587-7). Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/0022024894005877>. Acesso em: 14 jun. 2021.

LEE, B.-N. *et al.* Cytotoxicity of newly developed ortho MTA root-end filling materials. **J. Endod. [online]**, New York, v. 38, n. 12, p. 1.627-1.630, Dec. 2012. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.joen.2012.09.004>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0099239912008709?via%3Dihub>. Acesso em: 14 jun. 2021.

LEE, B.-S. *et al.* A novel sol-gel-derived calcium silicate cement with short setting time for application in endodontic repair of perforations. **Int. J. Nanomedicine [Online]**, Auckland, v. 13, p. 261-271, Jan. 2018. DOI: <https://doi.org/10.2147/IJN.S150198>. Disponível em: <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pmc/articles/PMC5764294/pdf/ijn-13-261.pdf>. Acesso em: 14 jun. 2021.

LEE, S. J.; MONSEF, M.; TORABINEJAD, M. Sealing ability of a mineral trioxide aggregate for repair of lateral root perforations. **J. Endod. [online]**, New York, v. 19, n. 11, p. 641-544, Nov. 1993. DOI: [https://doi.org/10.1016/S0099-2399\(06\)81282-3](https://doi.org/10.1016/S0099-2399(06)81282-3). Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0099239906812823?via%3Dihub>. Acesso em: 14 jun. 2021.

LEE, Y.-L. *et al.* Effects of physiological environments on the hydration behavior of mineral trioxide aggregate. **Biomaterials [Online]**, Auckland, v. 25, n. 5, p. 787-793, Feb. 2004. DOI: [https://doi.org/10.1016/S0142-9612\(03\)00591-X](https://doi.org/10.1016/S0142-9612(03)00591-X). Disponível em: <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pmc/articles/PMC5764294/pdf/ijn-13-261.pdf>. Acesso em: 14 jun. 2021.

- LEE, Y.-L. *et al.* Hydration behaviors of calcium silicate-based biomaterials. **J. Formos. Med. Assoc. [Online]**, Taipei, v. 116, n. 6, p. 424-431, Jun. 2017. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jfma.2016.07.009>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0929664616301772?via%3Dihub>. Acesso em: 14 jun. 2021.
- LEMINE, O. M. Transformation of goethite to hematite nanocrystallines by high energy ball milling. **Adv. Mater. Sci. Eng. [online]**, London, v. 2014, n. 589.146, [5f.], 2014. DOI: <https://doi.org/10.1155/2014/589146>. Disponível em: https://www.researchgate.net/publication/264897646_Transformation_of_Goethite_to_Hematite_Nanocrystallines_by_High_Energy_Ball_Milling. Acesso em: 14 jun. 2021.
- LIN, K. L. *et al.* Effects of nano-SiO₂ and different ash particle sizes on sludge ash-cement mortar. **J. Environ. Manage. [online]**, London, v. 88, n. 4, p. 708-714, Sep. 2008. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2007.03.036>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0301479707001326?via%3Dihub>. Acesso em: 14 jun. 2021.
- LIU, W. *et al.* Novel tricalcium silicate/magnesium phosphate composite bone cement having high compressive strength, *in vitro* bioactivity and cytocompatibility. **Acta Biomater. [online]**, Oxford, v. 21, p. 217-227, Jul. 2015. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.actbio.2015.04.012>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S174270611500183X?via%3Dihub>. Acesso em: 14 jun. 2021.
- LOTSARI, A. *et al.* Transformation of amorphous calcium phosphate to bone-like apatite. **Nat. Commun.**, v. 9, n. 4.170, p. 4.847-4.855, 2018. DOI: <https://doi.org/10.1038/s41467-018-06570-x>. Disponível em: <https://www.nature.com/articles/s41467-018-06570-x.pdf>. Acesso em: 14 jun. 2021.
- MA, B. *et al.* Preparation and *in vivo* evaluation of a silicate-based composite bone cement. **J. Biomater. Appl. [Online]**, Lancaster, v. 32, n. 2, p. 257-264, Aug. 2017. DOI: <https://doi.org/10.1177/0885328217715428>. Disponível em: <https://journals.sagepub.com/doi/pdf/10.1177/0885328217715428>. Acesso em: 14 jun. 2021.
- MAENO, S. *et al.* The effect of calcium ion concentration on osteoblast viability, proliferation and differentiation in monolayer and 3D culture. **Biomaterials [Online]**, Amsterdam, v. 26, n. 23, p. 4.847-4.855, Aug. 2005. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.biomaterials.2005.01.006>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S014296120500030X?via%3Dihub>. Acesso em: 14 jun. 2021.
- MARCIANO, M. A. *et al.* Physical, chemical, and biological properties of white MTA with additions of AlF₃. **Clin. Oral. Investig. [online]**, Berlin, v. 23, p. 33-41, 2019. DOI: <http://dx.doi.org/10.1007/s00784-018-2383-4>. Disponível em: <https://link.springer.com/content/pdf/10.1007/s00784-018-2383-4.pdf>. Acesso em: 14 jun. 2021.

MC MICHAEL, G. E.; PRIMUS, C. M.; OPPERMAN, L. A. Dentinal tubule penetration of tricalcium silicate sealers. **J. Endod.** [online], New York, v. 42, n. 4, p. 632-636, Apr. 2016. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.joen.2015.12.012>. Disponível em: <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pmc/articles/PMC4803520/pdf/nihms762055.pdf>. Acesso em: 14 jun. 2021.

MENTE, J. *et al.* Treatment outcome of mineral trioxide aggregate: repair of root perforations-long-term results. **J. Endod.** [online], New York, v. 40, n. 6, p. 790-796, Jun. 2014. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.joen.2014.02.003>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0099239914001484?via%3Dihub>. Acesso em: 14 jun. 2021.

MESCHI, N. *et al.* Bioactivity potential of Portland cement in regenerative endodontic procedures: from clinic to lab. **Dent. Mater.** [online], Oxford, v. 35, n. 9, p. 1.342-1.350, Sep. 2019. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.dental.2019.07.004>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0109564119302039?via%3Dihub>. Acesso em: 14 jun. 2021.

MEYER, J. L.; WEATHERALL, C. C. Amorphous to crystalline calcium phosphate phase transformation at elevated pH. **J. Colloid Interface Sci.** [online], Orlando, USA, v. 89, n. 1, p. 257-267, Sep. 1982. DOI: [https://doi.org/10.1016/0021-9797\(82\)90139-4](https://doi.org/10.1016/0021-9797(82)90139-4). Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/0021979782901394?via%3Dihub>. Acesso em: 14 jun. 2021.

MITCHELL, P. J. *et al.* Osteoblast biocompatibility of mineral trioxide aggregate. **Biomaterials [Online]**, Amsterdam, v. 20, n. 2, p. 167-173, Jan. 1999. DOI: [https://doi.org/10.1016/s0142-9612\(98\)00157-4](https://doi.org/10.1016/s0142-9612(98)00157-4). Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0142961298001574?via%3Dihub>. Acesso em: 14 jun. 2021.

MODAREZADEH, M. R. *et al.* Cytotoxicity of set polymer nanocomposite resin root-end filling materials. **Int. Endod. J. [Online]**, Oxford, v. 44, n. 2, p. 154-161, Feb. 2011. DOI: <https://doi.org/10.1111/j.1365-2591.2010.01825.x>. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1111/j.1365-2591.2010.01825.x>. Acesso em: 14 jun. 2021.

MOHAN, K.; GLASSER, F. P. The thermal decomposition of Ca_3SiO_5 at temperatures below 1250°: part 3 – the influence of water and sulfate on the decomposition. **Cem. Concr. Res. [online]**, Oxford, v. 7, n. 4, p. 379-384, Jul. 1977. DOI: [https://doi.org/10.1016/0008-8846\(77\)90065-5](https://doi.org/10.1016/0008-8846(77)90065-5). Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/0008884677900655?via%3Dihub>. Acesso em: 20 jul. 2021.

MOINZADEH, A. T. *et al.* Bioactivity potential of Endo Sequence BC RRM putty. **J. Endod. [online]**, New York, v. 42, n. 4, p. 615-621, Apr. 2016. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.joen.2015.12.004>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0099239915011346?via%3Dihub>. Acesso em: 14 jun. 2021.

- MOZAFARI, M. *et al.* Calcium carbonate: Adored and ignored in bioactivity assessment. **Acta Biomater.**[online], Oxford, v. 91, p. 35-47, Jun. 2019. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.actbio.2019.04.039>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S174270611930282X?via%3Dihub>. Acesso em: 14 jun. 2021.
- NAGHAVI, N. *et al.* Genotoxicity and cytotoxicity of mineral trioxide aggregate and calcium enriched mixture cements on L929 mouse fibroblast cells. **Dent. Mater.** [online], Oxford, v. 33, n. 1, p. 64-69, 2014. DOI: <https://doi.org/10.4012/dmj.2013-123>. Disponível em: https://www.jstage.jst.go.jp/article/dmj/33/1/33_2013-123/_pdf/-char/en. Acesso em: 14 jun. 2021.
- NAIR, P. N. R. *et al.* Microbial status of apical root canal system of human mandibular first molars with primary apical periodontitis after "one-visit" endodontic treatment. **Oral Surg. Oral Med. Oral Pathol. Oral Radiol. Endod.** [online], St. Louis, v. 99, n. 2, p. 231-252, Feb. 2005. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.tripleo.2004.10.005>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1079210404006821?via%3Dihub>. Acesso em: 14 jun. 2021.
- NASSEH, A. A. The rise of bioceramics. **Endod. Prac.** [online], London, v. 2, p. 17-22, 2009. Disponível em: <https://www.endoexperience.com/documents/bioceramicsealer.pdf>. Acesso em: 14 jun. 2021.
- NDONG, F. *et al.* The development of iron-free partially stabilized cement for use as dental root-endfilling material. **Int. Endod. J.** [Online], Oxford, v. 45, n. 12, p. 557-564, 2012. DOI: <https://doi.org/10.1111/j.1365-2591.2012.02011.x>. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1111/j.1365-2591.2012.02011.x>. Acesso em: 14 jun. 2021.
- NICOLEAUA, L.; NONAT, A.; PERREY, D. The di- and tricalcium silicate dissolutions. **Cem. Concr. Res.** [online], Oxford, v. 47, p. 14-30, May 2013. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2013.01.017>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0008884613000240?via%3Dihub>. Acesso em: 20 jul. 2021.
- NIU, L.-N. *et al.* A review of the bioactivity of hydraulic calcium silicate cements. **J. Dent.** [Online], Bristol, v. 42, n. 5, p. 517-533, May 2014. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jdent.2013.12.015>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S030057121400013X?via%3Dihub>. Acesso em: 14 jun. 2021.
- NOMOTO, R. *et al.* Effect of mixing method on the porosity of encapsulated glass ionomer cement. **Dent. Mater. J.** [online], Tokyo, v. 20, n. 10, p. 972-978, Dec. 2004. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.dental.2004.03.001>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S010956410400034X>. Acesso em: 14 jun. 2021.
- NUNES, E. *et al.* Treatment of perforating internal root resorption with MTA: a case report. **J. Oral Sci.** [online], Tokyo, v. 54, n. 1, p. 127-131, Mar. 2012. DOI:

<https://doi.org/10.2334/josnusd.54.127>. Disponível em:
https://www.jstage.jst.go.jp/article/josnusd/54/1/54_1_127/_pdf/-char/en. Acesso em:
14 jun. 2021.

PARIROKH, M.; TORABINEJAD, M. Mineral trioxide aggregate: a comprehensive literature review--Part I: chemical, physical, and antibacterial properties. **J. Endod. [online]**, New York, v. 36, n. 1, p. 16-27, Jan. 2010. DOI:
<https://doi.org/10.1016/j.joen.2009.09.006>. Disponível em:
<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0099239909007663?via%3Dihub>. Acesso em: 14 jun. 2021.

PATNAIK, S. *et al.* Naproxen-Solu plus® nano formulations for enhanced oral bioavailability. **Int. J. Pharm. [online]**, Amsterdam, v. 7, n. 4, p. 99-112, 2017. Disponível em: <https://www.pharmascholars.com/articles/naproxensoluplus-nano-formulations-for-enhanced-oral-bioavailability.pdf>. Acesso em: 14 jun. 2021.

PINHEIRO, L. S. *et al.* Cell viability and tissue reaction of NeoMTA Plus: an in vitro and in vivo study. **J. Endod. [online]**, New York, v. 44, n. 7, p. 1140-1145, Jul. 2018. DOI: 10.1016/j.joen.2018.03.007. Disponível em:
[https://www.jendodon.com/article/S0099-2399\(18\)30169-9/fulltext](https://www.jendodon.com/article/S0099-2399(18)30169-9/fulltext). Acesso em: 14 jun. 2021.

PLUSQUELLEC, G.; NONAT, A. Interactions between calcium silicate hydrate (C-S-H) and calcium chloride, bromide and nitrate. **Cem. Concr. Res. [online]**, Oxford, v. 90, p. 89-96, Dec. 2016. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2016.08.002>. Disponível em:
<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0008884616304586>. Acesso em: 20 jul. 2021.

POMMERSHEIM, J. M. Effect of particle size distribution on hydration kinetics. **Mater. Res. Soc. Symp. Proc. [online]**, New York, v. 85, n. 301, p. 301-306, 1987. DOI: <https://doi.org/10.1557/PROC-85-301>. Acesso em: 20 jul. 2021.

PRATI, C.; GANDOLFI, M. G. Calcium silicate bioactive cements: biological perspectives and clinical applications. **Dent. Mater. [online]**, Oxford, v. 31, n. 4, p. 351-370, Apr. 2015. DOI: 10.1016/j.dental.2015.01.004. Disponível em:
<https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0109564115000184?via%3Dihub>. Acesso em: 14 jun. 2021.

PRENTICE, L. H.; TYAS, M. J.; BURROW, M. F. The effect of particle size distribution on an experimental glass-ionomer cement. **Dent. Mater. [online]**, Oxford, v. 21, n. 6, p. 505-510, Jun. 2005. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.dental.2004.07.016>. Disponível em:
<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0109564104001563?via%3Dihub>. Acesso em: 14 jun. 2021.

PRIMUS, C. M.; TAY, F. R.; NIU, L.-N. Bioactive tri/dicalcium silicate cements for treatment of pulpal and periapical tissues. **Acta Biomater. [online]**, Oxford, v. 96, p. 35-54, Sep. 2019. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.actbio.2019.05.050>. Disponível em:
<https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pmc/articles/PMC6717675/pdf/nihms-1530371.pdf>. Acesso em: 14 jun. 2021.

QUEIROZ, M. B. *et al.* Physicochemical, biological, and antibacterial evaluation of tricalcium silicate-based reparative cements with different radiopacifiers. **Dent. Mater. [online]**, Oxford, v. 37, n. 2, p. 311-320, Feb. 2021. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.dental.2020.11.014>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0109564120303341?via%3Dihub>. Acesso em: 14 jun. 2021.

REYES-CARMONA, J. F.; FELIPPE, M. S.; FELIPPE, W. T. Biomineralization ability and interaction of mineral trioxide aggregate and white portland cement with dentin in a phosphate-containing fluid. **J. Endod. [online]**, New York, v. 35, n. 5, p. 731-736, May 2009. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.joen.2009.02.011>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0099239909001356?via%3Dihub>. Acesso em: 14 jun. 2021.

RICUCCI, D. *et al.* Histologic response of human pulp and periapical tissues to tricalcium silicate-based materials: a series of successfully treated cases. **J. Endod. [online]**, New York, v. 46, n. 2, p. 307-317, Feb. 2020. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.joen.2019.10.032>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0099239919308428?via%3Dihub>. Acesso em: 14 jun. 2021.

RIDI, F. *et al.* Hydration process of cement in the presence of a cellulosic additive. A calorimetric investigation. **J. Phys. Chem. B. [online]**, Washington, DC, v. 109, n. 30, p. 14.727-14.734, Aug. 2005. DOI: <https://doi.org/10.1021/jp050237n>. Disponível em: <https://pubs.acs.org/doi/10.1021/jp050237n>. Acesso em: 14 jun. 2021.

ROCHA JÚNIOR, H. V. *et al.* Atividade antimicrobiana do cimento à base de silicato de cálcio acrescido de antibióticos, testada pelos métodos de difusão radial e concentração inibitória mínima. **Dent. Press. Endod. [online]**, Maringá, v. 7, n. 1, p. 60-65, Jan.-Apr. 2017. DOI: <http://dx.doi.org/10.14436/2358-2545.7.1.060-065.oar>. Disponível em: <https://www.dentalpresspub.com/br/endo/v07n1/60>. Acesso em: 14 jun. 2021.

RODRÍGUEZ-LOZANO, F. J. *et al.* Evaluation of cytocompatibility of calcium silicate-based endodontic sealers and their effects on the biological responses of mesenchymal dental stem cells. **Int Endod. J. [online]**, Oxford v. 50, n. 1, p. 67-76, Jan. 2017. DOI: <https://doi.org/10.1111/iej.12596>. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1111/iej.12596>. Acesso em: 14 jun. 2021.

SAGHIRI, M. A. *et al.* Nanomodification of mineral trioxide aggregate for enhanced physicochemical properties. **Int. Endod. J. [online]**, Oxford, v. 45, n. 11, p. 979-988, Nov. 2012. DOI: <https://doi.org/10.1111/j.1365-2591.2012.02056.x>. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1111/j.1365-2591.2012.02056.x>. Acesso em: 14 jun. 2021.

SAGHIRI, M. A. *et al.* Effect of endodontic cement on bone mineral density using serial dual-energy x-ray absorptiometry. **J. Endod. [online]**, New York, v. 40, n. 5, p. 648-651, May 2014. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.joen.2013.11.025>. Disponível em: <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pmc/articles/PMC5209784/pdf/nihms839853.pdf>. Acesso em: 14 jun. 2021.

SAMYUKTHA, V. *et al.* Cytotoxicity evaluation of root repair materials in human-cultured periodontal ligament fibroblasts. **J. Conserv. Dent. [online]**, Mumbai, Índia, v. 17, n. 5, p. 467-470, Sep.-Oct. 2014. DOI: <https://doi.org/10.4103/0972-0707.139844>. Disponível em: <https://www.jcd.org.in/text.asp?2014/17/5/467/139844>. Acesso em: 14 jun. 2021.

SARKAR, N. K. *et al.* Physicochemical basis of the biologic properties of mineral trioxide aggregate. **J. Endod. [online]**, New York, v. 31, n. 2, p. 97-100, Feb. 2005. DOI: <https://doi.org/10.1097/01.DON.0000133155.04468.41>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0099239905600283?via%3Dihub>. Acesso em: 14 jun. 2021.

SCRIVENER, K. L. The development of microstructure during the hydration of portland cement. Jul. 1984. 231f. Tese (Doctor of Philosophy) – Department of Metallurgy and Materials Science, Royal School of Mines, Imperial College of Science and Technology, University of London, London. 1984. Disponível em: https://spiral.imperial.ac.uk/bitstream/10044/1/8567/1/Karen_Louise_Scrivener-1984-PhD-Thesis.pdf. Acesso em: 14 jun. 2021.

SEAH, R. K. H. *et al.* Use of Raman microscopy and multivariate data analysis to observe the biomimetic growth of carbonated hydroxyapatite on bioactive glass. **Anal. Chem. [online]**, Washington, DC, v. 81, n. 4, p. 1.442-1.449, Feb. 2009. DOI: <https://doi.org/10.1021/ac802234t>. Disponível em: <https://pubs.acs.org/doi/pdf/10.1021/ac802234t>. Acesso em: 14 jun. 2021.

SHEN, Y. *et al.* What do different tests tell about the mechanical and biological properties of bioceramic materials? **Endod. Topics [Online]**, Oxford, v. 32, n. 1, p. 47-85, May 2015. DOI: <https://doi.org/10.1111/etp.12076>. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/epdf/10.1111/etp.12076>. Acesso em: 14 jun. 2021.

SHIE, M.-Y. *et al.* The effect of a physiologic solution pH on properties of white mineral trioxide aggregate. **J. Endod. [online]**, New York, v. 35, n. 1, p. 98-101, Jan. 2009. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.joen.2008.09.015>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0099239908008510?via%3Dihub>. Acesso em: 14 jun. 2021.

SIPERT, C. R. *et al.* In vitro antimicrobial activity of Fill Canal, Sealapex, Mineral Trioxide Aggregate, Portland cement and EndoRez. **Int. Endod. J. [online]**, Oxford, v. 38, n. 8, p. 539-543, Aug. 2005. DOI: <https://doi.org/10.1111/j.1365-2591.2005.00984.x>. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/epdf/10.1111/j.1365-2591.2005.00984.x>. Acesso em: 14 jun. 2021.

SIQUEIRA JR, J. F. *et al.* Chemomechanical reduction of the bacterial population in the root canal after instrumentation and irrigation with 1%, 2.5%, and 5.25% sodium hypochlorite. **J. Endod. [online]**, New York, v. 26, n. 6, p. 331-334, Jun. 2000. DOI: <https://doi.org/10.1097/00004770-200006000-00006>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0099239905609296?via%3Dihub>. Acesso em: 14 jun. 2021.

SIQUEIRA JR, J. F. *et al.* Causes and management of post-treatment apical periodontitis. **Br. Dent. J. [online]**, London, v. 216, n. 6, p. 305-312, Mar. 2014. DOI: <https://doi.org/10.1038/sj.bdj.2014.200>. Disponível em: <https://www.nature.com/articles/sj.bdj.2014.200.pdf>. Acesso em: 14 jun. 2021.

SJÖGREN, U. *et al.* Influence of infection at the time of root filling on the outcome of endodontic treatment of teeth with apical periodontitis. **Int. Endod. J. [online]**, Oxford, v. 30, n. 5, p. 297-306, Sep. 1997. DOI: <https://doi.org/10.1046/j.1365-2591.1997.00092.x>. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/epdf/10.1111/j.1365-2591.2010.01844.x>. Acesso em: 14 jun. 2021.

SOHEILIPOUR, E. *et al.* Particle size of a new endodontic cement compared to Root MTA and calcium hydroxide. **Iran. Endod. J. [online]**, Tehran, v. 4, n. 3, p. 112-116, Summer 2009. Disponível em: <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pmc/articles/PMC3758862/pdf/iej-04-112.pdf>. Acesso em: 14 jun. 2021.

STUART, C. H. *et al.* Enterococcus faecalis: its role in root canal treatment failure and current concepts in retreatment. **J. Endod. [online]**, New York, v. 32, n. 2, p. 93-98, Feb. 2006. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.joen.2005.10.049>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0099239905000932?via%3Dihub>. Acesso em: 14 jun. 2021.

SULTANA, N. *et al.* Evaluation of biocompatibility and osteogenic potential of tricalcium silicate-based cements using human bone marrow-derived mesenchymal stem cells. **J. Endod. [online]**, New York, v. 44, n. 3, p. 446-451, Mar. 2018. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.joen.2017.11.016>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S009923991731261X?via%3Dihub>. Acesso em: 14 jun. 2021.

SUNDQVIST, G.; FIGDOR, D. Life as an endodontic pathogen: Ecological differences between the untreated and root-filled root canals. **Endod. Topics [Online]**, Oxford, v. 6, n. 1, p. 3-28, Nov. 2003. DOI: <https://doi.org/10.1111/j.1601-1546.2003.00054.x>. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/epdf/10.1111/j.1601-1546.2003.00054.x>. Acesso em: 14 jun. 2021.

SWIMBERGHE, R. C. D. *et al.* Biofilm model systems for root canal disinfection: a literature review. **Int. Endod. J. [Online]**, Oxford, v. 52, n. 5, p. 604-628, May 2019. DOI: <https://doi.org/10.1111/iej.13050>. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/epdf/10.1111/iej.13050>. Acesso em: 14 jun. 2021.

TADDEI, P. *et al.* Ageing of calcium silicate cements for endodontic use in simulated body fluids: a micro-Raman study. **J. Raman Spectrosc. [online]**, New York, v. 40, p. 1858-1866, 2009. DOI: <https://doi.org/10.1002/jrs.2333>. Disponível em: <https://analyticalsciencejournals.onlinelibrary.wiley.com/doi/epdf/10.1002/jrs.2333>. Acesso em: 14 jun. 2021.

TANI-ISHII, N. *et al.* Expression of bone extra cellular matrix proteins on osteoblast cells in the presence of mineral trioxide. **J. Endod. [online]**, New York, v. 33, n. 7, p.

836-839, Jul. 2007. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.joen.2007.02.003>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0099239907001732?via%3Dihub>. Acesso em: 14 jun. 2021.

TANOMARU-FILHO, M. *et al.* Biocompatibility and mineralized nodule formation of Neo MTA Plus and an experimental tricalcium silicate cement containing tantalum oxide. **Int. Endod. J. [Online]**, Oxford, v. 50, Suppl. 2, p. e31-e39, Dec. 2017. DOI: <https://doi.org/10.1111/iej.12780>. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/epdf/10.1111/iej.12780>. Acesso em: 14 jun. 2021.

TAVARES, A.; LUIZ, N. **Cimento Portland composto e Cimento Portland Pozolânico**: propriedades físico-mecânicas e de durabilidade. Goiânia: Itapessoca Agroindustrial S.A., 1997.

TAY, F. R. *et al.* Calcium phosphate phase transformation produced by the interaction of the portland cement component of white mineral trioxide aggregate with a phosphate-containing fluid. **J. Endod. [online]**, New York, v. 33, n. 11, p. 1.347-1.351, Nov. 2007. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.joen.2007.07.008>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0099239907006413?via%3Dihub>. Acesso em: 14 jun. 2021.

TENÓRIO, J. A. S. *et al.* Decomposição da fase majoritária do cimento Portland - Parte II: alita com adições de Fe e Al. **REM: R. Esc. Minas [online]**, Ouro Preto, v. 56, n. 2, p. 113-117, abr. jun. 2003. DOI: <https://doi.org/10.1590/S0370-44672003000200009>. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/rem/a/NNMFHNnyghGB9qywmCYVMgy/?format=pdf&lang=pt>. Acesso em: 20 jun. 2021.

TENOUTASSE, N.; DONDER, A. La cinetique et lemecanisme de l'hydratation Du silicate tricalcique. **Silicates Ind.**, v. 35, n. 12, p. 301-307, 1970.

TIAN, J. Bioaggregate inhibits osteoclast differentiation, fusion, and boné resorption In Vitro. **J. Endod. [online]**, New York, v. 41, n. 9, p. 1500-1506, Sep. 2015. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.joen.2015.05.018>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S009923991500504X?via%3Dihub>. Acesso em: 14 jun. 2021.

TORABINEJAD, M. *et al.* Physical and chemical properties of a new root-end filling material. **J. Endod. [online]**, New York, v. 21, n. 7, p. 349-353, Jul. 1995a. DOI: [https://doi.org/10.1016/S0099-2399\(06\)80967-2](https://doi.org/10.1016/S0099-2399(06)80967-2). Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0099239906809672?via%3Dihub>. Acesso em: 14 jun. 2021.

TORABINEJAD, M. *et al.* Investigation of mineral trioxide aggregate for root-end filling in dogs. **J. Endod. [online]**, New York, v. 21, n. 12, p. 603-608, Dec. 1995b. DOI: [https://doi.org/10.1016/S0099-2399\(06\)81112-X](https://doi.org/10.1016/S0099-2399(06)81112-X). Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S009923990681112X?via%3Dihub>. Acesso em: 14 jun. 2021.

TORABINEJAD, M. *et al.* Histologic assessment of mineral trioxide aggregate as a root-endfilling in monkeys. **J. Endod. [online]**, New York, v. 23, n. 4, p. 225-228,

Apr. 1997. DOI: [https://doi.org/10.1016/S0099-2399\(97\)80051-9](https://doi.org/10.1016/S0099-2399(97)80051-9). Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0099239997800519?via%3Dihub>. Acesso em: 14 jun. 2021.

TORABINEJAD, M. *et al.* Effect of MTA particle size on periapical healing. **J. Endod. [online]**, New York, v. 50, Suppl. 2; p. e3-e8, Dec. 2017a. DOI: <https://doi.org/10.1111/iej.12738>. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/epdf/10.1111/iej.12738>. Acesso em: 14 jun. 2021.

TORABINEJAD, M. *et al.* Regenerative endodontic treatment or mineral trioxide aggregate apical plug in teeth with necrotic pulps and open apices: a systematic review and meta-analysis. **J. Endod. [online]**, New York, v. 43, n. 11, p. 1.806-1.820, Nov. 2017b. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.joen.2017.06.029>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0099239917308166?via%3Dihub>. Acesso em: 14 jun. 2021.

TORABINEJAD, M.; CHIVIAN, N. Clinical applications of mineral trioxide aggregate. **J. Endod. [online]**, New York, v. 25, n. 3, p. 197-205, Mar. 1999. DOI: [https://doi.org/10.1016/S0099-2399\(99\)80142-3](https://doi.org/10.1016/S0099-2399(99)80142-3). Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0099239999801423?via%3Dihub>. Acesso em: 14 jun. 2021.

TORABINEJAD, M.; PARIROKH, M. Mineral trioxide aggregate: a comprehensive literature review--part II: leakage and biocompatibility investigations. **J. Endod. [online]**, New York, v. 36, n. 2, p. 190-202, Feb. 2010. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.joen.2009.09.010>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0099239909007705?via%3Dihub>. Acesso em: 14 jun. 2021.

TORABINEJAD, M.; PARIROKH, M.; DUMMER, P. M. H. Mineral trioxide aggregate and other bioactive endodontic cements: an updated overview - part II: other clinical applications and complications. **Int. Endod. J. [Online]**, Oxford, v. 51, n. 3, p. 284-317, Mar. 2018. DOI: <https://doi.org/10.1111/iej.12843>. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1111/iej.12843>. Acesso em: 14 jun. 2021.

TORABINEJAD, M.; WATSON, T. F.; PITT FORD, T. R. Sealing ability of a mineral trioxide aggregate when used as a root end filling material. **J. Endod. [online]**, New York, v. 19, n. 12, p. 591-595, Dec. 1993. DOI: [https://doi.org/10.1016/S0099-2399\(06\)80271-2](https://doi.org/10.1016/S0099-2399(06)80271-2). Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0099239906802712?via%3Dihub>. Acesso em: 14 jun. 2021.

TORABINEJAD, M.; WHITE, D. J. **Tooth filling material and method of use**. US Patent Number 5,415,547, 16 May 1995. Disponível em: <https://patentimages.storage.googleapis.com/54/b2/6e/d187fc09f2e396/US5415547.pdf>. Acesso em: 14 jun. 2021.

TORABINEJAD, M.; WHITE, D. J. **Tooth filling material and method of use**. US Patent Number 5,769,638, 23 Jun. 1998.

TSESIS, I. *et al.* Outcomes of surgical endodontic treatment performed by a modern technique: na updated meta-analysis of the literature. **J. Endod. [online]**, New York, v. 39, n. 3, p. 332-339, Mar. 2013. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.joen.2012.11.044>. Disponível em:

<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0099239912011211?via%3Dihub>. Acesso em: 14 jun. 2021.

VILLAT, C. *et al.* Impedance methodology: A new way to characterize the setting reaction of dental cements. **Dent. Mater. [online]**, Oxford, v. 26, n. 12, p. 1.127-1.132, Dec. 2010. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.dental.2010.07.013>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0109564107000528?via%3Dihub>. Acesso em: 14 jun. 2021. [Erratum in: *Dent Mater.* 2011 May;27(5):507. Tran, V X [corrected to Tran, Xuan-Vinh].

WALSH, R. M. *et al.* Evaluation of compressive strength of hydraulic silicate-based root-end filling materials. **J. Endod. [online]**, New York, v. 40, n. 7, p. 969-972, Jul. 2014. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.joen.2013.11.018>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0099239913010960?via%3Dihub>. Acesso em: 14 jun. 2021.

WALSH, R. M. *et al.* Bioactive endodontic materials for every day use: a review. **Gen. Dent. [online]**, Chicago, v. 66, n. 3, p. 48-51, May-Jun. 2018. Disponível em: [https://www.agd.org/docs/default-source/self-instruction-\(gendent\)/genden-mj-18-woodmansey.pdf](https://www.agd.org/docs/default-source/self-instruction-(gendent)/genden-mj-18-woodmansey.pdf). Acesso em: 14 jun. 2021.

WAN, X. *et al.* Preparation and in vitro bioactivities of calcium silicate nanophase materials. **Mater. Sci. Eng. C Mater. Biol. Appl. [online]**, Amsterdam, v. 25, n. 4, p. 455-461, Jun. 2005. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.msec.2004.12.003>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0928493105000032>. Acesso em: 14 jun. 2021.

WANG, M. C. *et al.* Portland cement induces human periodontal ligament cells to differentiate by upregulating miR-146a. **J. Formos. Med. Assoc. [Online]**, Taipei, v. 117, n. 4, p. 308-315, Apr. 2018. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jfma.2017.04.022>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0929664617302413?via%3Dihub>. Acesso em: 14 jun. 2021.

WANG, X.; SUN, H.; CHANG, J. Characterization of Ca₃SiO₅/CaCl₂ composite cement for dental application. **Dent. Mater. [online]**, Oxford, v. 24, n. 1, p. 74-82, Jan. 2008. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.dental.2007.02.006>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0109564107000528?via%3Dihub>. Acesso em: 14 jun. 2021.

WANG, Z. Bioceramic materials in endodontics. **Endod. Topics [Online]**, Oxford, v. 32, n. 1, p. 3-30, May 2015. DOI: <https://doi.org/10.1111/etp.12075>. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/epdf/10.1111/etp.12075>. Acesso em: 14 jun. 2021.

WEI, W. *et al.* Effects of an experimental calcium aluminosilicate cement on the viability of murine odontoblast-like cells. **J. Endod. [online]**, New York, v. 38, n. 7, p. 936-942, Jul. 2012. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.joen.2012.03.020>. Disponível em:

<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0099239912003342?via%3Dihub>. Acesso em: 14 jun. 2021.

WELCH, J. H.; GUTT, W. Tricalcium silicate and its stability within the system CaO-SiO₂. **J. Am. Ceram. Soc.[online]**, Westerville, v. 42, n. 1, p. 11-15, Jan. 1959. DOI: <https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.1959.tb09135.x> Acesso em: 20 jul. 2021..

WILLIAMS, D. F. On the mechanisms of biocompatibility. **Biomaterials [Online]**, Amsterdam, v. 29, n. 20, p. 2.941-2.953, Jul. 2008. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.biomaterials.2008.04.023>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0142961208002676?via%3Dihub>. Acesso em: 14 jun. 2021.

WITTE, D. R. The filling of a root canal with Portland cement. German Quarterly for dentistry. J. Cent. Assoc. Ger. Dent. v. 18, p. 153-154, 1878.

XU, C. *et al.* Tricalcium silicate/ graphene oxide bone cement with photothermal properties for tumor ablation. **J. Mater. Chem. B. [online]**, Cambridge, v. 23, n. 17, p. 2.808-2.818, May 2019. DOI: <https://doi.org/10.1039/C9TB00246D>. Disponível em: <https://pubs.rsc.org/en/content/articlepdf/2019/tb/c9tb00246d?page=search>. Acesso em: 14 jun. 2021.

YANAMOTO, *et al.* Evaluation of the Ca ion release, pH and surface apatite formation of a prototype calcium silicate cement. **Int. Endod. J. [Online]**, Oxford, v. 50, Suppl. 2, p. e-73-e-82, Dec. 2017. DOI: <https://doi.org/10.1111/iej.12737>. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/epdf/10.1111/iej.12737> Acesso em: 14 jun. 2021.

YANG, Q.; TROCZYNSKI, T.; LIU, D-M. Influence of apatite seeds on the synthesis of calcium phosphate cement. **Biomaterials [Online]**, Amsterdam, v. 23, n. 13, p. 2751-2760, Jul. 2002. DOI: [https://doi.org/10.1016/S0142-9612\(02\)00010-8](https://doi.org/10.1016/S0142-9612(02)00010-8). Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0142961202000108?via%3Dihub>. Acesso em: 14 jun. 2021.

YAVARI, H. R. *et al.* Placement in an acidic environment increases the solubility of white mineral trioxide aggregate. **J. Conserv. Dent. [online]**, Mumbai, Índia, v. 16, n. 3, p. 257-260, May-Jun. 2013. DOI: <https://doi.org/10.4103/0972-0707.111328>. Disponível em: <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pmc/articles/PMC3698592/>. Acesso em: 14 jun. 2021.

YILMAZ, B.; DINÇOL, M. E.; YALÇIN, T. Y. A bibliometric analysis of the 103 top-cited articles in endodontics. **Acta Odontol. Scand. [online]**, Oslo, v. 77, n. 8, p. 574-583, Nov. 2019. DOI: <https://doi.org/10.1080/00016357.2019.1621378>. Acesso em: 20 jul. 2021.

ZAFAR, K.; JAMAL, S.; GHAFOR, R. Bio-active cements-mineral trioxide aggregate based calcium silicate materials: a narrative review. **J. Pak. Med. Assoc.[Online]**, Karachi, v. 70, n. 3, p. 497-504, Mar. 2020. DOI: <https://doi.org/10.5455/JPMA.16942>. Disponível em: https://jpma.org.pk/article-details/9695?article_id=9695. Acesso em: 14 jun. 2021.

ZEHNDER, M. *et al.* Dentin enhances the effectiveness of bioactive glass S53P4 against a strain of *Enterococcus faecalis*. **Oral Surg. Oral Med. Oral Pathol. Oral Radiol. Endod. [online]**, St. Louis, v. 101, n. 4, p. 530-535, Apr. 2006. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.tripleo.2005.03.014>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1079210405002349?via%3Dihub>. Acesso em: 14 jun. 2021.

ZHANG, C.; DU, J.; PENG, Z. Correlation between *Enterococcus faecalis* and persistent intraradicular infection compared with primary intraradicular infection: a systematic review. **J. Endod. [online]**, New York, v. 41, n. 8, p. 1207-1213, Aug. 2015. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.joen.2015.04.008>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0099239915003775?via%3Dihub>. Acesso em: 14 jun. 2021.

ZHANG, Q. *et al.* The degradation behavior of calcium-rich hydroxyapatite foams in vitro. **J. Biomed. Mater. Res. A [Online]**, Hoboken, v. 109, n. 6, p. 859-868, Jun. 2021. DOI: <https://doi.org/10.1002/jbm.a.37077>. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/epdf/10.1002/jbm.a.37077>. Acesso em: 14 ago. 2021.

ZHAO, W. *et al.* The self-setting properties and in vitro bioactivity of tricalcium silicate. **Biomaterials [Online]**, Amsterdam, v. 26, n. 31, p. 6.113-6.121, Nov. 2005. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.biomaterials.2005.04.025>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S014296120500308X?via%3Dihub>. Acesso em: 14 jun. 2021.

ZHAO, W. *et al.* In vitro bioactivity of novel tricalcium silicate ceramics. **J. Mater. Sci. Mater. Med. [online]**, London, v. 18, n. 5, p. 917-923, May 2007. DOI: <https://doi.org/10.1007/s10856-006-0069-y>. Disponível em: <https://link.springer.com/content/pdf/10.1007/s10856-006-0069-y.pdf>. Acesso em: 20 jul. 2021.

ZHAO, W.; CHANG, J. Sol-gel synthesis and in vitro bioactivity of tricalcium silicate powders. **Mater. Lett. [online]**, Amsterdam, v. 58, n. 19, p. 2.350-2.353, Jul. 2004. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2004.02.045>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0167577X04001387>. Acesso em: 14 jun. 2021.

ZHAO, W.; CHANG, J.; ZHAI, W. Self-setting properties and in vitro bioactivity of Ca₃SiO₅/CaSO₄.1/2H₂O composite cement. **J. Biomed. Mater. Res. A [Online]**, Hoboken, v. 85, n. 2, p. 336-344, May 2008. DOI: <https://doi.org/10.1002/jbm.a.31523>. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/epdf/10.1002/jbm.a.31523>. Acesso em: 14 jun. 2021.

ZHOU, S. *et al.* In vitro studies of calciumphosphate silicate boné cements. **J. Mater. Sci. Mater. Med. [online]**, London, v. 24, n. 2, p. 355-364, Feb. 2013. DOI: <https://doi.org/10.1007/s10856-012-4794-0>. Disponível em: <https://link.springer.com/content/pdf/10.1007/s10856-012-4794-0.pdf>. Acesso em: 20 jul. 2021.