



República Federativa do Brasil  
Ministério da Economia  
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(21) BR 102019017446-3 A2



(22) Data do Depósito: 21/08/2019

(43) Data da Publicação Nacional: 23/02/2021

(54) **Título:** PARTÍCULAS DE SILICATO DE CÁLCIO, PROCESSO DE OBTENÇÃO DE PARTÍCULAS DE SILICATO DE CÁLCIO, PROCESSO DE OBTENÇÃO DE CIMENTO BIOCERÂMICO, CIMENTOS BIOCERÂMICOS E USOS

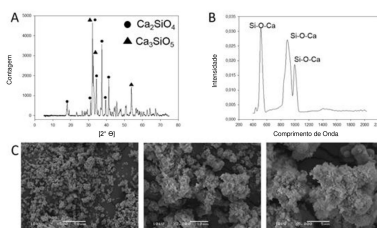
(51) **Int. Cl.:** C01B 33/24; C04B 28/12; C04B 111/00; A61K 6/06.

(52) **CPC:** C01B 33/24; C04B 28/12; C04B 2111/00836; A61K 6/0612.

(71) **Depositante(es):** UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL.

(72) **Inventor(es):** GABRIELA DE SOUZA BALBINOT; VICENTE CASTELO BRANCO LEITUNE; FABRICIO MEZZOMO COLLARES.

(57) **Resumo:** PARTÍCULAS DE SILICATO DE CÁLCIO, PROCESSO DE OBTENÇÃO DE PARTÍCULAS DE SILICATO DE CÁLCIO, PROCESSO DE OBTENÇÃO DE CIMENTO BIOCERÂMICO, CIMENTOS BIOCERÂMICOS E USOS. A presente invenção descreve a síntese de partículas de silicato de cálcio pelo método sol gel e a aplicação de tais partículas como cimento nas áreas médica e odontológica. Mais especificamente, a síntese é realizada a partir das etapas de: a) hidrólise do tetraetilortosilicato em ácido nítrico; e b) tratamento térmico é realizado para obtenção do pó de silicato de cálcio. A presente invenção se situa nos campos Farmacêuticos, Médicos, Agronegócios, Setores Industriais e Indústria de materiais odontológicos.



### **Relatório Descritivo de Patente de Invenção**

PARTÍCULAS DE SILICATO DE CÁLCIO, PROCESSO DE OBTENÇÃO DE  
PARTÍCULAS DE SILICATO DE CÁLCIO, PROCESSO DE OBTENÇÃO DE  
CIMENTO BIOCERÂMICO, CIMENTOS BIOCERÂMICOS E USOS

#### **Campo da Invenção**

**[0001]** A presente invenção se refere à síntese de partículas de silicato de cálcio pelo método sol-gel e aplicação destas partículas como cimento nas áreas médica e odontológica. A presente invenção se situa nos campos Farmacêuticos, Médicos, Agronegócios, Setores Industriais e Indústria de Materiais Odontológicos.

#### **Antecedentes da Invenção**

**[0002]** Os cimentos contendo silicato de cálcio já são utilizados na prática odontológica. Existem três principais marcas comerciais de cimentos com composição semelhante à da presente invenção. Dentre estes, estão o MTA (mineral trióxido agregado), que é comercializado pelas empresas Angelus (Londrina, Paraná, Brasil) com os produtos MTA Angelus e MTA HP e a Dentisply (York, Pensilvânia, EUA). Estes materiais têm silicatos dicálcicos e tricalcicos na sua composição e radiopacificantes com óxido de bismuto e tungstato de cálcio. Além disso, possuem aluminato de cálcio na sua composição para acelerar a presa do cimento.

**[0003]** Outro material comercial existente é o Biodentine, produzido pela Septodont (Saint-Maur-des-Fossés, França), que contém silicato tricálcico e óxido de zircônia como radiopacificante além de óxido de ferro como componente adicional. Além desses, o Neo MTA Plus (Avalon Biomed Inc, Bradenton, EUA) é um material com a mesma aplicação composto unicamente por silicato tricálcico contendo óxido de tântalo como radiopacificante, diferindo do presente invento pela estrutura cristalina e método de produção das partículas.

**[0004]** Outros exemplos são o EndoSequence BC (Brasseler USA, Savannah, EUA) e o TotalFill BC (FKG, La Chaux-de-Fonds, Suíça). Estes cimentos, ao contrário do proposto neste relatório, são pastas prontas que contém silicatos de cálcio, fosfatos de cálcio, hidróxido de cálcio e agentes espessantes. São apresentados em forma de pasta para a mesma aplicação proposta, contudo diferem do invento proposto na composição.

**[0005]** As tecnologias existentes são compostas de silicatos dicálcicos e tricálcicos produzidos pelo método de fundição. Nestes produtos, diferentes precursores são submetidos a temperaturas maiores que 1000°C para que se fundam formando os silicatos.

**[0006]** Um estudo (Lee, 2018; *A novel sol-gel-derived calcium silicate cement with short setting time for application in endodontic repair of perforations*) utiliza a rota sol-gel em cimento experimental. Neste estudo, são utilizadas diferentes temperaturas de síntese em comparação com a presente invenção. Isso resulta em diferenças na estrutura química e cristalina do material, o que impacta na sua atividade como biomaterial e na sua aplicação como cimento, proposta na presente invenção. Neste estudo, também foram testadas diferentes rotas. onde variam as concentrações de ácido usadas e a ordem que os reagentes são incorporados para a produção do sol, primeira etapa da síntese. A presente invenção se assemelha apenas aos materiais em que o ácido foi adicionado como segundo passo da síntese, podendo variar na concentração entre 200 e 300µl. Além disso, neste estudo, a temperatura para queima das partículas é de 1400°C, sendo que no presente invento a temperatura utilizada foi menor, chegando a 800°C apenas.

**[0007]** Na busca pelo estado da técnica em literaturas científica e patentária, foram encontrados os seguintes documentos que tratam sobre o tema:

**[0008]** O documento patentário “CN104710188 A”, intitulado “*Porous calc silicate bioceramic material, preparation method and application*” revela um material biocerâmico de silicato de calcário poroso, um método de preparação e aplicação. A patente difere da presente invenção na composição do material,

que possui componentes diferentes do cálcio, silício e oxigênio. O método de produção é semelhante, uma vez que os precursores do material poroso são produzidos pelo método sol-gel, contudo, para a obtenção do material, são usadas técnicas diferentes das utilizadas no presente invento.

**[0009]** O documento patentário CN102357260 A, intitulado “*Design and preparation method for novel calcium-magnesium-silicon multiphase bioactive ceramic, and use thereof*”, revela a produção de um composto multifásico de silicato de cálcio com magnésio, o que torna a composição do material diferente da proposta na presente invenção. O método de produção utilizado é o método sol-gel.

**[0010]** O documento patentário WO200747994 A2, intitulado “*Dental and endodontic filling materials and methods*”, revela a produção de material para preenchimento de canais em tratamento endodôntico e compreende cimentos hidráulicos de que tomam presa por hidratação da matriz inorgânica e contém em sua composição agentes radiopacificantes e partículas antimicrobianas. O documento inclui as composições de silicato dicálcico e tricálcico, como o descrito na presente invenção, no entanto, se difere da presente invenção, pois não especifica o método de produção e as características das partículas obtidas.

**[0011]** O documento patentário WO2010124110 A1, intitulado “*Dual-phase calcium phosphate cement composition*”, revela a composição de cimento de fosfato de cálcio, diferente da composição proposta na presente invenção.

**[0012]** O documento patentário JP02311406, intitulado “*A Root canal-filling material composition*”, revela a produção e aplicação de cimento para aplicação em canal radicular composto por fosfato de cálcio, água, ácidos orgânicos, álcool poliacrílico e radiopacificantes. O documento se difere da presente invenção por utilizar fosfato de cálcio como partícula bioativa, e por apresentar combinação de componentes diferentes da proposta.

**[0013]** O documento patentário WO9424955 A1, intitulado “*Tooth filling material and method of use*”, revela a produção de cimento endodôntico para preenchimento de canais com composição de cimento Portland, semelhante à

utilizada na presente invenção. No entanto, o documento não especifica o método de produção e o resultado das partículas obtidas. O documento ainda descreve a utilização de óxido de bismuto como agente radiopacificante, enquanto que a presente invenção utiliza tungstato de cálcio como agente radiopacificante.

**[0014]** O documento patentário JP02034172 A, intitulado “*Hardening material for medical and dental use*”, revela a produção de cimentos a base de fosfatos de cálcio com líquidos a base de ácidos inorgânicos. O documento se difere da presente invenção pela composição do pó e do líquido utilizados no cimento.

**[0015]** O documento patentário US20130066325 A1, intitulado “*Hydraulic cements with optimized grain size distribution, methods, articles and kits*”, revela a produção de cimento hidráulico semelhante ao utilizado na presente invenção, contudo tem composição diferente da proposta. Utiliza fosfatos de cálcio ao invés de silicatos de cálcio para a produção do cimento.

**[0016]** O documento patentário WO200247572 A1, intitulado “*Endodontic sealing compositions and methods for using such compositions*”, revela a produção de cimentos endodônticos, com base de monômeros metacrilatos como base resinosa para o material. A utilização destes monômeros difere da presente invenção, que não possui polímeros na sua composição.

**[0017]** O documento patentário CA3026418 A1, intitulado “*Biomimetic mineral based endodontic cement composition and uses thereof*”, revela a invenção de cimentos para aplicação endodôntica com base em monômeros polianiônicos e pozolana, um composto contendo cimento Portland. Apesar de incluir cimento Portland e, por consequência, silicatos tricalcicos e dicálcicos, o documento se difere da presente invenção pela utilização da pozolana e de compostos poliméricos.

**[0018]** O documento patentário WO2015130079 A1, intitulado “*Single paste type dental hydraulic-setting filler composition*”, revela a invenção de cimentos de pasta única contendo cimento Portland ou Pozolan, e líquidos não aquosos em um único material. Pode conter tungstato de cálcio como radiopacificante. O

documento se difere da presente invenção pela composição do cimento e produção do pó do cimento Portland.

**[0019]** O documento patentário WO9316738 A1, intitulado “*Bioactive cement*”, revela a invenção de um vidro bioativo composto de Si, Ca, F, P, e Mg para aplicação biomédica com um cimento metacrilato como base. O documento se difere da presente invenção pela composição e método de produção. Além disso, apresenta base resinosa, o que não ocorre na presente invenção.

**[0020]** O documento patentário CN106673635 A, intitulado “*Calcium magnesium silicofluoride biomaterial, preparation method and application*”, revela a produção de partículas de silicato de fluormagnésio pelo método sol-gel para aplicação na área biomédica. A composição sintetizada difere da utilizada na presente invenção.

**[0021]** O documento patentário CN106064961 A, intitulado “*Diopside CaMg(SiO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> porous biological ceramic bone repairing material and preparation method thereof*”, revela a produção de um silicato de cálcio e magnésio produzido por método de reação de estado sólido em altas temperaturas. O documento se difere da invenção proposta pela sua composição e método de produção.

**[0022]** O documento patentário CN103979945 A, intitulado “*Preparation method of bioactive wollastonite ceramic*”, revela a utilização do método sol-gel para a produção de walastonita, um silicato de cálcio cuja estrutura cristalina apresenta-se diferente da desenvolvida na presente invenção. O método é o mesmo utilizado na invenção proposta, contudo difere nas temperaturas utilizadas e nos reagentes da síntese. Desta forma, é produzido um composto de silicato dicálcico e silicatos de sódio cristalinos, enquanto o silicato produzido na presente invenção apresenta-se amorfo, sendo uma mistura de silicatos dicálcicos e tricalcicos. A aplicação do documento indica a utilização do material como material para regeneração óssea, porém não cita a preparação de cimento de presa hidráulica, como demonstrado na proposta da presente invenção.

**[0023]** O documento patentário RU2419410 C1, intitulado “*Composition for filling*”

*root canals*", revela a produção de cimento Portland contendo Silicatos dicálcicos e triálcicos e aluminatos de cálcio e utiliza óxido de bismuto como agente radiopacificante. O documento se difere da invenção proposta pela composição do pó e pelo radiopacificante. Utiliza ácido poliacrílico para a presa do cimento e gesso para melhora das propriedades mecânicas, enquanto a presente invenção utiliza apenas água com esse fim.

**[0024]** Assim, do que se depreende da literatura pesquisada, não foram encontrados documentos antecipando ou sugerindo os ensinamentos da presente invenção, de forma que a solução aqui proposta possui novidade e atividade inventiva frente ao estado da técnica.

### **Sumário da Invenção**

**[0025]** Dessa forma, a presente invenção resolve os problemas do estado da técnica a partir da síntese de partículas de silicato de cálcio pelo método sol gel, em que síntese é realizada a partir da hidrólise do tetraetilortossilicato em ácido nítrico e modificada pela adição de nitrato de cálcio para formulação do sol. O tratamento térmico entre 500 a 800°C é realizado para obtenção do pó de silicato de cálcio. A partir da síntese do pó será formulado o cimento biocerâmico a partir da mistura do silicato com agentes radiopacificantes como tungstato de cálcio, óxido de zircônia, óxido de bismuto, óxido de nióbio, óxido de tântalo. Para a presa do cimento, as partículas serão misturadas com líquidos que promovam a hidratação do silicato sendo utilizado água destilada, propileno glicol, cloreto de cálcio. O cimento desenvolvido tem aplicação na área odontológica como capeador direto e indireto para lesões profundas em dentina, como material para selamento de perfurações e fraturas radiculares e como material obturador de canais radiculares tratados endodonticamente.

**[0026]** Em um primeiro objeto, a presente invenção apresenta partículas de silicato de cálcio obtidas pelo processo de metodologia sol-gel.

**[0027]** Em um segundo objeto, a presente invenção apresenta o processo de obtenção de partículas de silicato de cálcio pela metodologia sol-gel,

compreendendo as etapas de:

- a) hidrólise do tetraetilortossilicato em meio ácido; e
- b) tratamento térmico é realizado para obtenção do pó de silicato de cálcio.

**[0028]** Em um terceiro objeto, presente invenção apresenta um processo de obtenção de cimento biocerâmico, compreendendo as etapas de:

- a) mistura do silicato com agentes radiopacificantes; e
- b) mistura das partículas com líquidos que promovam a hidratação do silicato para a presa do cimento.

**[0029]** Em um quarto objeto, a presente invenção apresenta cimentos biocerâmicos obtidos pelo processo definido no terceiro objeto da presente invenção.

**[0030]** Em um quinto objeto, a presente invenção apresenta o uso das partículas de silicato de cálcio para a produção dos cimentos biocerâmicos, conforme definidos no quarto objeto da presente invenção.

**[0031]** Em um sexto objeto, presente invenção apresenta o uso dos cimentos biocerâmicos obtidos a partir das partículas de silicato de cálcio da presente invenção nas áreas médica e odontológica.

**[0032]** Estes e outros objetos da invenção serão imediatamente valorizados pelos versados na arte e serão descritos detalhadamente a seguir.

### **Breve Descrição das Figuras**

**[0033]** São apresentadas as seguintes figuras:

**[0034]** A figura 1 mostra a estrutura cristalina das partículas obtidas, demonstrando a presença de silicato dicálcico e tricálcico.

**[0035]** A figura 2 mostra a avaliação do pH após imersão dos cimentos em água destilada e análise da concentração de cálcio após 28 dias da imersão em água, em que:

CS100: Cimentos produzidos com proporção 100:0, em peso, de silicato de cálcio e tungstato de cálcio;



CS90: Cimentos produzidos com proporção 90:10, em peso, de silicato de cálcio e tungstato de cálcio;

CS80: Cimentos produzidos com proporção 80:20, em peso, de silicato de cálcio e tungstato de cálcio;

CS70: Cimentos produzidos com proporção 70:30, em peso, de silicato de cálcio e tungstato de cálcio.

**[0036]** A figura 3 mostra a análise da viabilidade celular dos cimentos desenvolvidos a partir das partículas produzidas no presente invento, em que:

- CS100: Cimentos produzidos com proporção 100:0, em peso, de silicato de cálcio e tungstato de cálcio;

- CS90: Cimentos produzidos com proporção 90:10, em peso, de silicato de cálcio e tungstato de cálcio;

- CS80: Cimentos produzidos com proporção 80:20, em peso, de silicato de cálcio e tungstato de cálcio;

- CS70: Cimentos produzidos com proporção 70:30, em peso, de silicato de cálcio e tungstato de cálcio.

**[0037]** A figura 4 mostra a atividade de Fosfatase Alcalina em fibroblastos de polpa após cultura de células com os cimentos desenvolvidos a partir das partículas descritas no presente invento, em que:

- CS100: Cimentos produzidos com proporção 100:0, em peso, de silicato de cálcio e tungstato de cálcio;

- CS90: Cimentos produzidos com proporção 90:10, em peso, de silicato de cálcio e tungstato de cálcio;

- CS80: Cimentos produzidos com proporção 80:20, em peso, de silicato de cálcio e tungstato de cálcio;

- CS70: Cimentos produzidos com proporção 70:30, em peso, de silicato de cálcio e tungstato de cálcio.

**[0038]** A figura 5 mostra a mineralização celular em cultura de células pré-osteoblasticas MC3T3--E1 indicando a diferenciação celular promovida pelos cimentos desenvolvidos a partir das partículas descritas no presente invento, em

que:

- CS100: Cimentos produzidos com proporção 100:0, em peso, de silicato de cálcio e tungstato de cálcio;

-CS90: Cimentos produzidos com proporção 90:10, em peso, de silicato de cálcio e tungstato de cálcio;

-CS80: Cimentos produzidos com proporção 80:20, em peso, de silicato de cálcio e tungstato de cálcio;

-CS70: Cimentos produzidos com proporção 70:30, em peso, de silicato de cálcio e tungstato de cálcio.

### **Descrição Detalhada da Invenção**

**[0039]** A presente invenção se trata da produção de cimentos biocerâmicos que são materiais utilizados na área da endodontia e cariologia em situações terapêuticas e iatrogênicas. Além das aplicações conhecidas na área da endodontia e cariologia, há potencial aplicação na área de regeneração óssea, podendo o silicato de cálcio ser utilizado sozinho ou em combinação com outros materiais, para estimular a formação de tecido ósseo em diferentes situações clínicas na área Médica e Odontológica. A aplicação destes materiais pode ser realizada em casos de capeamento pulpar direto e indireto, fraturas e reabsorções radiculares, perfurações durante tratamento endodôntico e, mais recentemente estes materiais tem sido indicados como material obturador. A principal vantagem destes materiais é a sua bioatividade, ou seja, sua capacidade de estimular a deposição mineral em tecidos dentais duros, favorecendo o reparo de lesões em diferentes regiões radiculares. Estes materiais possuem como base partículas de silicato de cálcio, podendo estas ter estrutura cristalina de silicato tricálcico e silicato dicálcico.

**[0040]** A presente invenção tem potencial aplicação na indústria odontológica por representar uma alternativa de menor custo e adequadas propriedades para a aplicação proposta.

**[0041]** As partículas desenvolvidas no presente invento são sintetizadas pelo

método sol-gel. Neste método, o tetraetilortossilicato é utilizado como precursor em hidrólise ácida contendo ácido nítrico. Após a hidrólise, o nitrato de cálcio é utilizado como modificador mineral, e o sol produzido passa por um processo de secagem entre 50°C e 800°C. O pó obtido pode ser misturado manualmente ou mecanicamente com o radiopacificante. Na Figura 1, pode-se observar a estrutura cristalina das partículas obtidas, demonstrando a presença de silicato tricálcico e dicálcico. Além disso, observa-se a presença de ligações de Si-O-Ca, caracterizando o silicato de cálcio quanto à sua estrutura química. As partículas de silicato de cálcio obtidas a partir da presente síntese apresentam tamanho médio de 4,07 µm e área de superfície de 9,53m<sup>2</sup>/g, podendo estas apresentar qualquer formato.

**[0042]** A adição de radiopacificantes permitiu que a radiopacidade do material obtido fosse maior que 3 mmAl, o que é recomendado pela ISO 6876, utilizada para análise das propriedades de cimentos endodônticos a base d'água. O tempo de presa permaneceu menor que 30 min, o que é adequado para as aplicações propostas. O material apresentou elevada resistência à compressão e não apresentou efeito citotóxico de acordo com as concentrações estudadas. Com os resultados obtidos a partir da análise das propriedades testadas o presente invento demonstrou características adequadas para as aplicações propostas.

**[0043]** A presente invenção se trata de partículas produzidas pelo método sol-gel, diferindo na obtenção da ligação dos silicatos, que ocorre em temperatura ambiente e que necessita apenas de um processo de secagem e evaporação de solventes em temperaturas elevadas (50 a 800°C).

**[0044]** O tetraetilortossilicato, utilizado como um precursor da sílica na síntese por sol-gel, é o precursor mais comumente utilizado em sínteses por sol-gel e em modificações deste método. Apesar de ser o mais utilizado, são também estudados como precursores da sílica reagentes como o dimetildietoxissilano, o viniltrietoxissilano e o ortossilicato de tetrametilo. A utilização destes reagentes é pouco explorada e não há estudos que demonstrem a produção de partículas

semelhantes às produzidas no presente invento utilizando estes precursores. Apesar disso, por se tratarem de reagentes que promovem a formação de uma rede de sílica, como o tetratetilortossilicato, seria possível que alcançassem o efeito de acordo com o obtido na presente invenção.

**[0045]** A síntese por sol-gel também pode ser catalisada por bases, contudo, nestes casos, é menos provável que a reação resulte em um produto final similar.

**[0046]** Em um primeiro objeto, a presente invenção apresenta partículas de silicato de cálcio obtidas pelo processo de metodologia sol-gel.

**[0047]** Em uma concretização, a estrutura das partículas de silicato de cálcio é cristalina.

**[0048]** Em uma concretização, as partículas de silicato de cálcio tem a presença de ligações em sua estrutura de Si-O-Ca.

**[0049]** Em uma concretização, as partículas de silicato de cálcio tem a presença de silicato tricálcico e dicálcico em sua estrutura.

**[0050]** Em uma concretização, as partículas de silicato de cálcio apresentam tamanho médio entre 10nm e 1000 $\mu$ m e área de superfície de 0,05 a 100m<sup>2</sup>/g, podendo estas apresentar qualquer formato.

**[0051]** Em uma concretização, as partículas de silicato de cálcio apresentam com tamanho médio de 4,07 $\mu$ m e área de superfície de 9,53m<sup>2</sup>/g, podendo estas apresentar qualquer formato.

**[0052]** Variações na morfologia dos materiais podem resultar em valores diferentes destes, podendo ser utilizados em diferentes aplicações.

**[0053]** Em um segundo objeto, a presente invenção apresenta o processo de obtenção de partículas de silicato de cálcio pela metodologia sol-gel, compreendendo as etapas de:

a) hidrólise do tetraetilortossilicato em meio ácido; e

b) tratamento térmico é realizado para obtenção do pó de silicato de cálcio.

**[0054]** Em uma concretização do processo, o tetraetilortossilicato é utilizado como um precursor de sílica.

**[0055]** Em uma concretização do processo, o percussor de sílica é selecionado adicionalmente de: dimetildietoxissilano, o viniltrióxissilano e o ortossilicato de tetrametilo.

**[0056]** Em uma concretização do processo, o meio ácido utilizado é proveniente de: ácido nítrico, ácido cítrico, ácido acético, ácido fluorídrico, ácido clorídrico e ácido fosfórico.

**[0057]** Em uma concretização do processo, o meio ácido utilizado é proveniente do ácido nítrico.

**[0058]** Em uma concretização do processo, o meio ácido da etapa a) é utilizado como catalizadores da hidrólise do tetraetilortossilicato.

**[0059]** Em uma concretização do processo, o tratamento térmico da etapa b) ocorre entre 50 a 800°C.

**[0060]** O processo de obtenção das partículas requer a utilização de diferentes temperaturas em diferentes períodos. Neste sentido, a ampla faixa de temperatura utilizada compreende todos os processos de queima das partículas. Inicialmente é realizada uma etapa de aceleração da geleificação (50°C a 100°C), após se dá o envelhecimento do gel (100°C a 200°C) e, por fim, se dá a calcinação das partículas (200°C e 800°C).

**[0061]** Em uma concretização, a temperatura para a geleificação é de 60°C, a temperatura para o envelhecimento é de 120°C e a temperatura para a calcinação é de 700°C.

**[0062]** Em uma concretização do processo, o tratamento térmico é um processo de queima para remoção dos solventes e formação das ligações de Si-O-Ca.

**[0063]** Em uma concretização, o processo compreende uma etapa adicional de:  
c) adição de um modificador mineral para formulação do sol.

**[0064]** Em uma concretização do processo, o modificador mineral é selecionado entre: nitrato de cálcio, acetato de cálcio, cloreto de cálcio, metóxido de cálcio e etóxido de cálcio.

**[0065]** Em uma concretização do processo, o modificador mineral é o nitrato de nitrato de cálcio.

**[0066]** O nitrato de cálcio é o modificador preferencial por ser o reagente com melhor solubilidade quando em solução com o tetraetilortossilicato. Outras fontes, mais ou menos solúveis, poderiam precipitar ou não reagir no momento da formação do sol, fazendo com que não houvesse ligações disponíveis com o cálcio, alterando a estrutura do material.

**[0067]** Em um terceiro objeto, a presente invenção apresenta um processo de obtenção de cimento biocerâmico, compreendendo as etapas de:

- a) mistura do silicato com agentes radiopacificantes; e
- b) mistura das partículas com líquidos que promovam a hidratação do silicato para a presa do cimento.

**[0068]** Em uma concretização do processo, os agentes radiopacificantes são selecionados entre: tungstato de cálcio, óxido de zircônia, óxido de bismuto, óxido de nióbio, óxido de tântalo, óxido de titânio, óxido de zinco, prata, ouro, carbonato de cálcio, sulfato de bário e fluoreto de itérbio.

**[0069]** Em uma concretização do processo, os agentes radiopacificantes são selecionados entre: tungstato de cálcio, óxido de zircônia, óxido de bismuto, óxido de nióbio e óxido de tântalo.

**[0070]** Em uma concretização do processo, os líquidos que promovem a hidratação do silicato utilizados na etapa b) são selecionados entre: água destilada, propileno glicol, cloreto de cálcio, fosfato de sódio, lactato de cálcio, fosfato dissódico, hidroxipropilmetilcelulose e carbonato de cálcio.

**[0071]** Em uma concretização do processo, o líquido que promove a hidratação do silicato utilizado na etapa b) é a água destilada.

**[0072]** Em uma concretização, os demais reagentes descritos podem ser utilizados na aceleração da reação de presa.

**[0073]** Em uma concretização do processo, o tempo de presa é entre 1 a 40 minutos.

**[0074]** Em uma concretização do processo, o tempo de presa é de 30 minutos.

**[0075]** Em um quarto objeto, a presente invenção apresenta cimentos biocerâmicos obtidos pelo processo definido no terceiro objeto da presente

invenção.

**[0076]** Em uma concretização, os cimentos biocerâmicos têm uma radiopacidade entre 0,1 a 8 mmAl.

**[0077]** Em uma concretização, os cimentos biocerâmicos têm uma radiopacidade maior que 3 mmAl.

**[0078]** Este valor é determinado pela ISO 6876, que determina as especificações para cimentos endodônticos. Materiais com radiopacidade menor que 3 mmAl não apresentam as características clínicas satisfatórias. Não existe um limite para a radiopacidade, contudo sabe-se que valores elevados também não são desejáveis para a aplicação proposta.

**[0079]** Em um quinto objeto, a presente invenção apresenta o uso das partículas de silicato de cálcio para a produção dos cimentos biocerâmicos, conforme definidos no quarto objeto da presente invenção.

**[0080]** Em um sexto objeto, a presente invenção apresenta o uso dos cimentos biocerâmicos nas áreas médica e odontológica.

**[0081]** Em uma concretização, os cimentos são utilizados como capeador direto e indireto para lesões profundas em dentina, como material para selamento de perfurações e fraturas radiculares e como material obturador de canais radiculares tratados endodonticamente.

**[0082]** Em uma concretização, os cimentos da presente invenção apresentam uma potencial aplicação na área de regeneração óssea, podendo o silicato de cálcio ser utilizado sozinho ou em combinação com outros materiais, para estimular a formação de tecido ósseo em diferentes situações clínicas na área Médica e Odontológica.

**[0083]** A presente invenção tem como vantagem o método de produção que difere do utilizado atualmente. Isso faz com que o material desenvolvido apresente tempo de presa reduzido e propriedades biológicas satisfatórias. Além disso, apresenta custo reduzido em relação aos materiais presentes no mercado atual.

**[0084]** A presente invenção ainda necessita testes *in vivo* para análise da

atividade do material.

**[0085]** Na presente invenção, entende-se por:

**[0086]** Metodologia sol-gel: como aqui utilizado, o termo “metodologia sol-gel” se refere a qualquer rota de síntese de materiais onde num determinado momento ocorre uma transição do sistema sol para um sistema gel. É uma técnica amplamente utilizada síntese de materiais para obtenção de materiais inorgânicos ou híbridos orgânico-inorgânicos. As reações de hidrólise e condensação do precursor permitem a formação de partículas de tamanho coloidal (sol) e posterior formação da rede tridimensional (gel).

**[0087]** Cimento: como aqui utilizado, o termo “cimento” se refere a cimentos odontológicos, que são biomateriais formados pela mistura de diferentes componentes, geralmente pó (base) e líquido (ácido), que estão em estado fluido são aplicados entre duas superfícies até adquirirem suficiente firmeza.

**[0088]** Radiopacidade: como aqui utilizado, o termo “radiopacidade” se refere a imagens claras, das radiografias, dentes, peças protéticas metálicas, osso, são exemplos de imagens radiopacas, as outras são radiolúcidas.

**[0089]** Tempo de presa: como aqui utilizado, o termo “tempo de presa” se refere ao tempo em que o material está completamente endurecido e pode ser separado do material de moldagem sem distorção ou fratura.

### **Exemplos**

**[0090]** Os exemplos aqui mostrados têm o intuito somente de exemplificar uma das inúmeras maneiras de se realizar a invenção, contudo sem limitar, o escopo da mesma.

#### **Exemplo 1 - Caracterização das partículas**

##### *Difração de raios X*

**[0091]** A estrutura cristalina das partículas de silicato de cálcio foi avaliada com difração de raios X (X'PertPRO, PANalytical MPD, Holanda) com energia de 40kV-40mA numa faixa angular entre 5 e 100°, com tamanho de passo 0,02 durante 5s.



*Espectroscopia por Infravermelho Transformada por Fourier*

**[0092]** As ligações químicas foram analisadas com espectroscopia no infravermelho transformada de Fourier (FTIR). O espectrômetro (Vertex 70 - Bruker Optics, Ettlingen, Alemanha) usado foi equipado com um dispositivo de refletância total atenuado (Platinum ATR-QL; Bruker Optics). O pó sintetizado foi colocado no dispositivo ATR e a medição foi realizada na faixa de 4000 a 400  $\text{cm}^{-1}$  e 64 varreduras com resolução de  $4\text{cm}^{-1}$ . As bandas relacionadas ao Si-O-Ca foram utilizadas para caracterizar a ligação nas partículas.

*Microscopia Eletrônica de Varredura*

**[0093]** A morfologia das partículas foi analisada por microscopia eletrônica de varredura (MEV). As amostras foram revestidas a ouro, colocadas em um porta-amostras de alumínio e analisadas em um microscópio eletrônico (Jeol JSM-6060 Alemanha) com tensão de aceleração de 10kV.

*Tamanho de partícula e área de superfície*

**[0094]** O tamanho e a área superficial das partículas foram analisados por difração de laser e adsorção de nitrogênio, respectivamente. Utilizou-se um analisador de tamanho de partícula (CILAS 1180, França) e as partículas foram dispersas em álcool isopropílico (Aldrich Chemical; St Louis, MO, EUA) para medições. As medições de adsorção de azoto foram realizadas utilizando um instrumento Autosorb Quantachrome Nova 1200 (Quantachrome Instruments Corporate Headquarters, EUA). A área superficial específica do pó foi calculada pelo método Brunauer-Emmett-Teller (BET) baseado nos dados da isoterma de adsorção de Nitrogênio.

*Resultados*

**[0095]** Os valores de tamanho de partícula e área de superfície das partículas obtidas se encontram apresentados na Tabela 1.

Tabela 1. Tamanho de partícula e área de superfície das partículas obtidas

<b>Tamanho de Partícula d50 (d10-d90)</b>	13,01 $\mu\text{m}$ (3,83 $\mu\text{m}$ -35,83 $\mu\text{m}$ )
<b>Área de Superfície</b>	9,53 $\text{m}^2/\text{g}$

### Exemplo 2 - Caracterização dos cimentos

#### *Radiopacidade*

**[0096]** A radiopacidade foi testada de acordo com a norma ISO 6876: 2012 [35]. Os espécimes ( $n = 5$ ) medindo 6 mm de diâmetro x 1 mm de altura foram preparados e submetidos à análise radiográfica em equipamento convencional de raios-x (modelo Dabi Atlante Spectro 70X) com intensidade de 70Kv durante 0,8s. Os espécimes foram colocados em uma placa de fósforo com uma cunha de alumínio e as imagens foram obtidas em um sistema digital (VistaScan-Durr Dental, Bissingen- Germany). A densidade de pixels nos espécimes e na etapa de alumínio foi medida em uma área padronizada e os valores de cinza dos espécimes em um software de imagem (ImageJ, NIH, Maryland, EUA) e foram convertidos em mmAl de acordo com os valores encontrados no cunha passo de alumínio.

#### *Tempo de Presa*

**[0097]** O tempo de presa foi medido de acordo com a norma ISO 6876: 2012 [35]. Cimentos foram preparados ( $n = 3$ ) e após 120s foram colocados em um molde de 4 mm de diâmetro x 1 mm de altura. Uma agulha gilmore (100g) foi usada para produzir indentações na superfície da amostra até que não houvesse indentação visível. O tempo entre a mistura e a ausência de indentação foi registrado como o tempo de endurecimento dos cimentos.

#### *Resistência à Compressão*

**[0098]** A resistência à compressão foi testada de acordo com a norma ISO 9917-1: 2007 [36]. Os espécimes ( $n = 5$ ) foram preparados em uma matriz metálica com 4 mm de diâmetro e 6 mm de altura e armazenados a 37°C por pelo menos

24 h antes do teste. O teste foi realizado em uma máquina de teste (Shimadzu EZ-SX, Shimadzu Corp., Kyoto, Japão) a uma velocidade de 1 mm / min até a fratura da amostra. Os resultados foram utilizados para calcular a resistência à compressão (CS), em MPa, de acordo com a fórmula:

$$CS: F / (2\pi r (h + r))$$

onde F é a força máxima, em N, r é o raio da amostra e h é a altura.

#### *pH*

**[0099]** Os espécimes (4 mm de diâmetro x 1 mm de altura) foram imersos em 8 mL de água destilada e o pH da solução foi medido com pHmetro digital (D-22 Digimed - São Paulo, São Paulo, Brasil). O pH da solução foi registrado antes da imersão e após 1, 2, 4, 12, 24, 72, 7, 14, 21 e 28 dias. A água não foi trocada durante os experimentos e todas as amostras foram mantidas a 37°C durante o experimento.

#### *Liberção de cálcio*

**[0100]** O cálcio liberado dos cimentos foi medido na água destilada usada para medições de pH. Após 28 dias de imersão, a concentração de cálcio foi medida com Espectrometria de Emissão Óptica Plasma Acoplada Indutivamente (ICP-OES 720, Agilent. Santa Clara, CA, EUA). A quantificação foi realizada utilizando o método 3120B com limite de quantificação de 0,1mg / mL.

#### *Cultura celular*

**[0101]** A cultura foi realizada com duas linhas celulares distintas. Células pré-osteoblásticas comerciais MC3T3-E1 foram adquiridas (Banco de Células do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, Brasil) e cultivadas em meio mínimo essencial alfa ( $\alpha$ -Men- Thermo Fisher Scientific, EUA) suplementado com 10% de soro bovino fetal (FBS - Thermo Fisher Scientific, EUA) e 1% de penicilina (Thermo Fisher Scientific, EUA) e armazenados em CO<sub>2</sub> a 5% a 37°C.

**[0102]** Fibroblastos primários de polpa foram obtidos a partir do tecido pulpar dos terceiros molares extraídos, conforme aprovado pelo Comitê de Ética da Universidade Federal do Rio Grande do Sul. O dente foi doado por um paciente saudável após assinatura do Termo de Consentimento Livre e Esclarecido. As

células primárias foram cultivadas em meio mínimo essencial de Dubellco (DMEM) suplementado com HEPES, soro fetal bovino a 10% e 100 UI / mL de penicilina, 100 µg / mL de estreptomicina (Thermo Fischer Scientific, Waltham, Massachusetts, EUA) a 37°C a 5% CO<sub>2</sub>, até que a célula possa ser usada para cultura.

**[0103]** Para avaliar o efeito de materiais no comportamento de células, o meio condicionado foi produzido por imersão de materiais no meio de cultura por 24h. Os cimentos foram preparados e, após 120s, foram colocados no fundo das placas dos poços em uma relação área: volume de 3cm<sup>2</sup> / ml. Para a análise “antes da colocação”, o meio foi colocado em contato com o cimento logo após a colocação nas placas do poço. Para a análise “após o ajuste”, os cimentos foram armazenados a 37°C durante 24 horas antes da imersão no meio de cultura. Os pós de cimento foram esterilizados por 1h em luz UV antes da preparação para esses testes, enquanto a água usada na preparação dos cimentos foi esterilizada em autoclave.

#### *Viabilidade celular*

**[0104]** Ensaio de Sulforodamina B (SRB) foi usado para testar a viabilidade celular de MC3T3-E1 (n = 3) e fibroblastos de polpa (n = 3). As células foram semeadas em placas de 96 poços (5x10<sup>3</sup>) e após 24h foram utilizados meios condicionados para tratar as células durante 72 horas. As células foram então fixadas e coradas com solução de 0,4% de SRB. As culas foram suspensas em 10% de Trisma para quantificação a 560 nm num espectrofotetro de microplacas (Multiskan GO, Thermo Fisher Scientific, EUA). Células cultivadas sem meio de material foram usadas para normalizar os resultados para o cálculo da porcentagem de células viáveis. O ensaio MTT foi testado em células MC3T3-E1 (n = 3) e em fibroblastos pulparens (n = 3). As células foram semeadas como descrito para o ensaio SRB. Após 21 h de cultura, as células foram lavadas com PBS e adicionaram-se 50 µl de uma solução de MTT a 0,5 mg / ml à cultura de células. As placas dos poços foram armazenadas a 37°C e 5% de CO<sub>2</sub> durante 3 horas e após esse tempo, o dimetilsulfóxido (DMSO-Thermo Fisher Scientific,

EUA) foi utilizado para dissolver os cristais formados que foram formados na cultura. Após 30min, os poços foram lidos em um espectrofotômetro de microplacas (Multiskan GO, Thermo Fisher Scientific, EUA) a 570nm. Células cultivadas sem tratamento de material foram usadas para normalizar a absorbância em cada poço. Os resultados foram expressos como a porcentagem de células viáveis.

#### *Diferenciação celular*

**[0105]** A atividade de fosfatase alcalina foi testada em fibroblastos de pasta primária (n = 3), as células foram semeadas em placas de 24 poços (1x10<sup>4</sup>) e tratadas com um meio condicionado durante 7, 14 e 21 dias. O meio foi trocado a cada 3 dias. Após cada ponto de tempo, as células foram lavadas em PBS e imersas em solução de dodecilsulfato de sódio (SDS-VER MARCA). As células foram coletadas e um kit de ensaio de ALP (Labtest; Lagoa Santa, MG, Brasil) foi utilizado. A absorbância do p-nitrofenol foi medida a 590 nm (Multiskan GO - Thermo Fischer Scientific Inc., Waltham, MA, EUA). Os valores de absorbância foram utilizados para calcular a atividade da ALP, em U / L, de acordo com a fórmula: (AbsorbanceTest / AbsorbanceStandard) x45. Os resultados para células tratadas sem meio foram utilizados como controlo positivo. O Alizarin S Red foi utilizado para quantificar a mineralização em cultura celular com células pré-osteoblásticas MC3T3-E1. As células foram semeadas em placas de 24 poços (1x10<sup>4</sup>) e tratadas com um meio condicionado durante 7, 14 e 21 dias. Os poços foram então corados com 500 µl de solução aquosa Alizarina S Red 2% (Sigma Aldrich, St, Louis, EUA) durante 20 minutos. O software de imagem foi utilizado para medir a fração de área dos grânulos mineralizados. Usando parâmetros definidos de intensidade de vermelho nas imagens através do limiar de cor, a% de mineralização foi obtida em uma área padronizada do poço. O mesmo limiar de cor foi usado para analisar todas as imagens. As células foram cultivadas em meio sem condicionamento de materiais e os valores nestes poços foram usados para normalizar os resultados.

#### *Análise Estatística*

**[0106]** Análise descritiva foi realizada para caracterização das partículas de CS. Para a caracterização do cimento, avaliou-se a normalidade dos dados obtidos. Teste de Shapiro Wilk, para radiopacidade, tempo de endurecimento, fluxo e viabilidade celular One Way ANOVA e Tukey foram utilizados. Para os testes de proliferação e diferenciação celular, foram utilizados ANOVA Two Way e Tukey. Todos os testes foram realizados com significância de 5%.

#### *Resultados*

**[0107]** Os valores de radiopacidade, tempo de presa e resistência à compressão dos cimentos produzidos a partir das partículas obtidas na presente invenção se encontram na Tabela 2.

**[0108]** Os resultados são provenientes da análise de diferentes cimentos contendo tungstato de cálcio como agente radiopacificante.

Tabela 2. Radiopacidade, tempo de presa e resistência à compressão dos cimentos produzidos a partir das partículas obtidas na presente invenção.

	<b>Radiopacidade (mmAl)</b>	<b>Tempo de Presa (min:s)</b>	<b>Resistência à compressão (MPa)</b>
<b>CS<sub>100</sub></b>	2,42 (±0,07) <sup>C</sup>	38:27 (±4:28) <sup>A</sup>	64,65 (±10,96) <sup>A</sup>
<b>CS<sub>90</sub></b>	3,24 (±0,06) <sup>B</sup>	37:36 (±04:44) <sup>A</sup>	51,95 (±9,37) <sup>A</sup>
<b>CS<sub>80</sub></b>	3,66 (±0,11) <sup>A</sup>	34:31 (±5:52) <sup>A</sup>	54,96 (±6,51) <sup>A</sup>
<b>CS<sub>70</sub></b>	3,85 (±0,08) <sup>A</sup>	29:31 (±3:30) <sup>A</sup>	55,99 (±11,73) <sup>A</sup>

Letras iguais indicam ausência de diferença estatística entre os grupos avaliados.

**CS<sub>100</sub>**: Cimentos produzidos com proporção 100:0, em peso, de silicato de cálcio e tungstato de cálcio. **CS<sub>90</sub>**: Cimentos produzidos com proporção 90:10, em peso, de silicato de cálcio e tungstato de cálcio. **CS<sub>80</sub>**: Cimentos produzidos com proporção 80:20, em peso, de silicato de cálcio e tungstato de cálcio. **CS<sub>70</sub>**: Cimentos produzidos com proporção 70:30, em peso, de silicato de cálcio e tungstato de cálcio.

**[0109]** Os resultados da avaliação do pH após imersão dos cimentos em água destilada e análise da concentração de cálcio após 28 dias da imersão em água se encontram na Figura 2.

**[0110]** Os resultados são provenientes da análise de diferentes cimentos contendo tungstato de cálcio como agente radiopacificante.

**[0111]** Os resultados da análise da viabilidade celular dos cimentos desenvolvidos a partir das partículas produzidas no presente invento se encontram na Figura 3.

**[0112]** A porcentagem de células viáveis foi analisada em diferentes tipos de células com diferentes métodos nos cimentos produzidos. Os dados foram obtidos com os cimentos antes e após a presa. Os resultados são provenientes da análise de diferentes cimentos contendo tungstato de cálcio como agente radiopacificante.

**[0113]** Os resultados da atividade de Fosfatase Alcalina em fibroblastos de polpa após cultura de células com os cimentos desenvolvidos a partir das partículas descritas no presente invento indicando a habilidade de diferenciação celular dos materiais desenvolvidos se encontram na Figura 4.

**[0114]** Os dados foram obtidos com os cimentos antes e após a presa. Os resultados são provenientes da análise de diferentes cimentos contendo tungstato de cálcio como agente radiopacificante.

**[0115]** Os resultados da mineralização celular em cultura de células pré-osteoblasticas MC3T3-E1 indicando a diferenciação celular promovida pelos cimentos desenvolvidos a partir das partículas descritas no presente invento se encontram na Figura 5.

**[0116]** Os dados foram obtidos com os cimentos antes e após a presa. Os resultados são provenientes da análise de diferentes cimentos contendo tungstato de cálcio como agente radiopacificante.

**[0117]** Em relação à síntese das partículas pode observar-se que estas apresentaram tamanho e morfologia adequadas para sua aplicação na área biomédica. Além disso, quando testadas sem adição de qualquer outro

componente (CS<sub>100</sub>), estas apresentaram adequados parâmetros de tempo de presa e resistência à compressão, promoveram aumento do pH em meio aquoso com liberação de cálcio elevada. Estes parâmetros estão associados às modificações do material quando este é hidratado, formando um cimento, que, além da aplicação na endodotia, pode ser utilizado em outros procedimentos na área da saúde. Ao adequado tempo de presa e as propriedades mecânicas demonstram que os materiais produzidos sofreram o processo de cristalização o que, quando acompanhado com a capacidade de tornar o meio básico ao liberar cálcio, garante sua aplicação para diferentes procedimentos regenerativos, uma vez que é sabido que a bioatividade destes materiais está relacionada com a sua capacidade de liberar cálcio. A liberação de cálcio está associada à modificações no compostamento celular e nos dados apresetados foi possível observar que os cimentos com base nas partículas desenvolvidas no presente invento aumentaram a % de diferentes tipos celulares o que representa um aumento da capacidade de proliferação celular em contato com os materiais. Além disso, este grupo foi o responsável pelos melhores resultados de diferenciação celular. Estes resultados demonstram a capacidade destes materiais de estimular modificações no comportamento celular, buscando o aumento do número de células no local onde o material deve ser implantado e o estímulo a obtenção de células especializadas na produção de tecido mineralizado, com o intuito de regenerar tecidos dentais e ósseo, não se limitando, portanto, à aplicação proposta no estudo que originaram estes dados. Dentre os resultados apresentados, a radiopacidade das partículas produzidas não atingiu níveis adequados e como se observa na Tabela 2. Neste caso, a incorporação de tungstato de cálcio como radiopacificante promoveu resultados satisfatórios a partir de 10% em peso, sem alterar significativamente outras propriedades dos cimentos avaliados.

**[0118]** Os versados na arte valorizarão os conhecimentos aqui apresentados e poderão reproduzir a invenção nas modalidades apresentadas e em outras variantes e alternativas, abrangidas pelo escopo das reivindicações a seguir.



### **Reivindicações**

1. Partículas de silicato de cálcio, **caracterizadas** por terem estrutura cristalina, a presença de ligações de Si-O-Ca e a presença de silicato tricálcico e dicálcico.

2. Partículas de silicato de cálcio, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizadas** por apresentar tamanho médio entre 10nm e 1000µm e área de superfície entre 0,05 a 100m<sup>2</sup>/g.

3. Processo de obtenção de partículas de silicato de cálcio, conforme definidas em qualquer uma das reivindicação 1 a 2, **caracterizado** por ser pela metodologia sol-gel, compreendendo as etapas de:

- a) hidrólise do tetraetilortosilicato em meio ácido; e
- b) tratamento térmico é realizado para obtenção do pó de silicato de cálcio.

4. Processo, de acordo com a reivindicação 3, **caracterizado** pelo meio ácido ser proveniente de: ácido nítrico, ácido cítrico, ácido acético, ácido fluorídrico, ácido clorídrico e ácido fosfórico.

5. Processo, de acordo com a reivindicação 3, **caracterizado** pelo tratamento térmico da etapa b) ocorrer entre 50 a 800°C.

6. Processo, de acordo com a reivindicação 3, **caracterizado** por compreender uma etapa adicional de:

- c) adição de um modificador mineral para formulação do sol.

7. Processo, de acordo com a reivindicação 6, **caracterizado** pelo modificador mineral ser selecionado entre: nitrato de cálcio, acetato de cálcio, cloreto de cálcio, metóxido de cálcio e etóxido de cálcio.

8. Processo de obtenção de cimento biocerâmico, **caracterizado** por compreender as etapas de:

- a) mistura do silicato, conforme definido em qualquer uma das reivindicações 6 a 7, com agentes radiopacificantes; e
- b) misturada das partículas com líquidos que promovam a hidratação do

silicato para a presa do cimento.

9. Processo, de acordo com a reivindicação 8, **caracterizado** pelos agentes radiopacificantes serem selecionados entre: tungstato de cálcio, óxido de zircônia, óxido de bismuto, óxido de nióbio, óxido de tântalo.

10. Processo, de acordo com a reivindicação 8, **caracterizado** pelos líquidos que promovam a hidratação do silicato utilizados na etapa b) serem selecionados entre: água destilada, propileno glicol, cloreto de cálcio.

11. Processo, de acordo com a reivindicação 8, **caracterizado** pelo tempo de presa ser entre 1 a 40 minutos.

12. Cimentos biocerâmicos, **caracterizados** por serem obtidos pelo processo, conforme definido em qualquer uma das reivindicações 8 a 11, e por terem uma radiopacidade entre 0,1 a 8 mmAl.

13. Uso das partículas de silicato de cálcio, conforme definidas em qualquer uma das reivindicações 6 a 7, **caracterizado** por ser na áreas médica e odontológica.

14. Uso das partículas de silicato de cálcio, de acordo com a reivindicação 13, **caracterizado** por ser para a produção de cimentos biocerâmicos.

15. Uso dos cimentos biocerâmicos produzidos a partir de partículas de silicato de cálcio, conforme definido na reivindicação 14, **caracterizado** por serem para a aplicação na área de regeneração óssea, como capeador direto e indireto para lesões profundas em dentina, como material para selamento de perfurações e fraturas radiculares, e como material obturador de canais radiculares tratados endodonticamente.

## FIGURAS

Figura 1

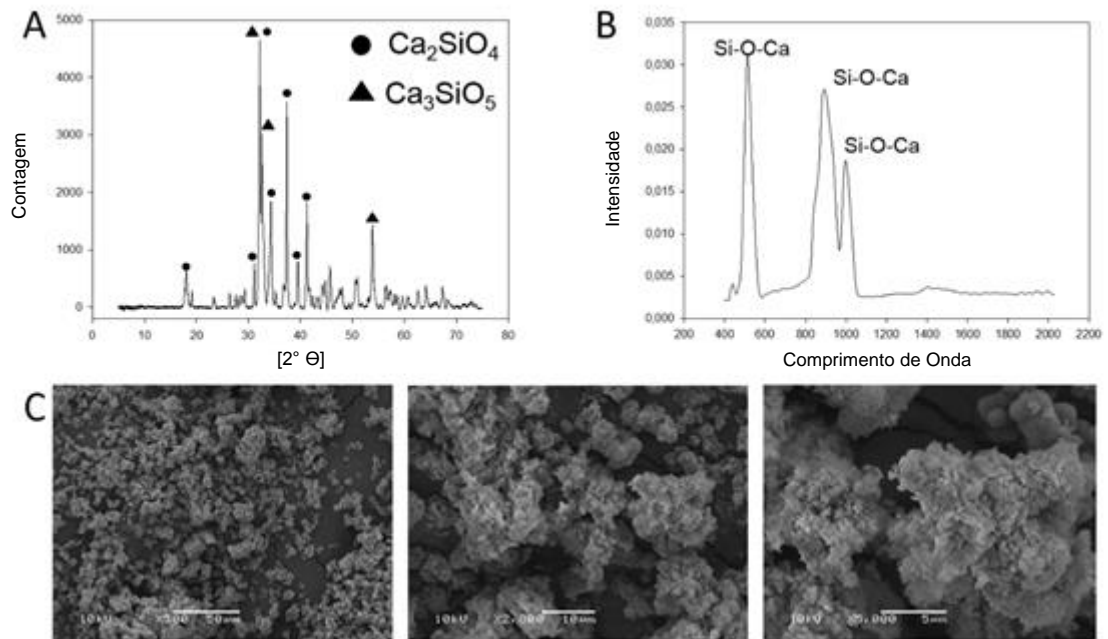


Figura 2

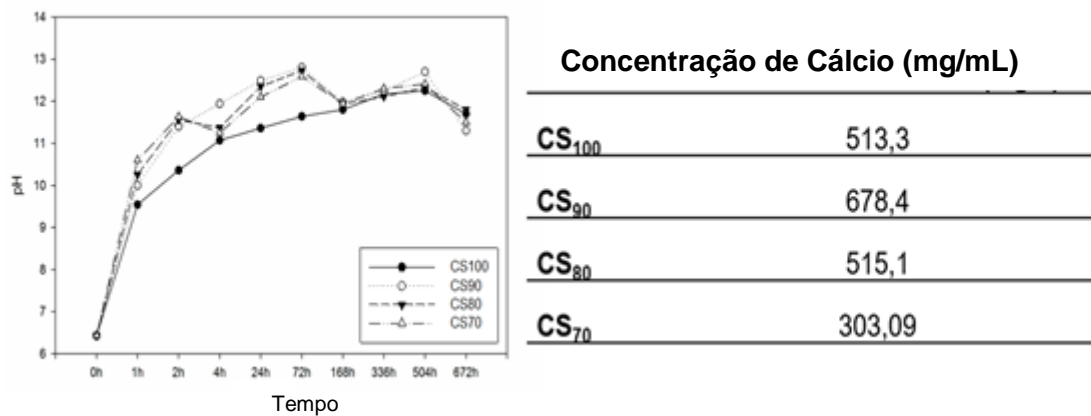
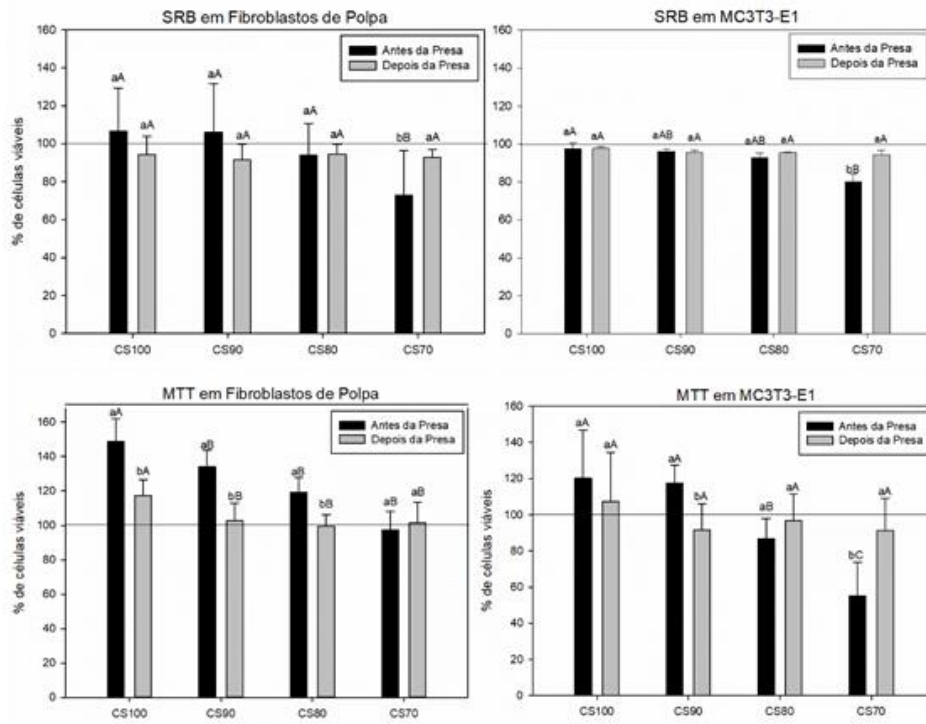


Figura 3



Letras maiúsculas diferentes indicam diferença estatisticamente significativa entre os diferentes grupos experimentais.  
 Letras minúsculas diferentes indicam diferença estatística entre os materiais antes e após a presa.

Figura 4

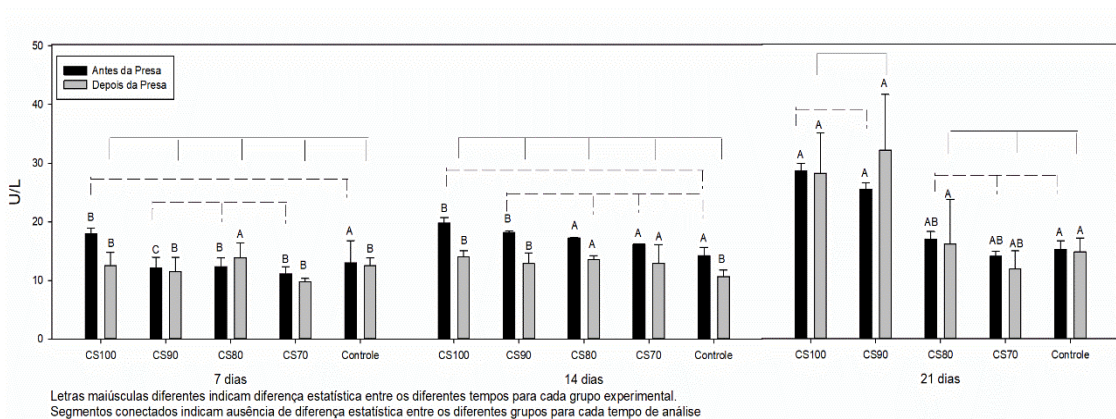
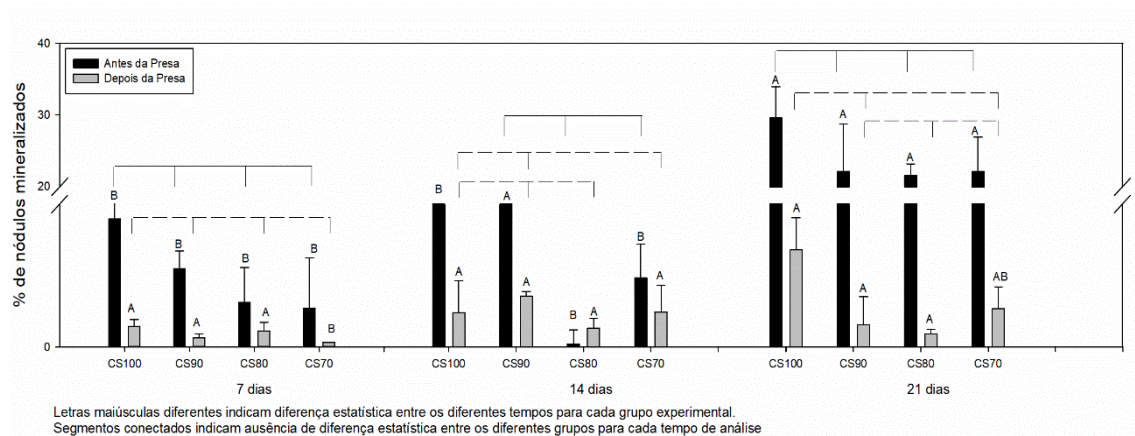


Figura 5



**Resumo**

**PARTÍCULAS DE SILICATO DE CÁLCIO, PROCESSO DE OBTENÇÃO DE  
PARTÍCULAS DE SILICATO DE CÁLCIO, PROCESSO DE OBTENÇÃO DE  
CIMENTO BIOCERÂMICO, CIMENTOS BIOCERÂMICOS E USOS**

A presente invenção descreve a síntese de partículas de silicato de cálcio pelo método sol gel e a aplicação de tais partículas como cimento nas áreas médica e odontológica. Mais especificamente, a síntese é realizada a partir das etapas de:

- a) hidrólise do tetraetilortossilicato em ácido nítrico; e
- b) tratamento térmico é realizado para obtenção do pó de silicato de cálcio.

A presente invenção se situa nos campos Farmacêuticos, Médicos, Agronegócios, Setores Industriais e Indústria de materiais odontológicos.