

# **AVALIAÇÃO DE SOLUBILIDADE DO CIMENTO DE SILICATO TRICÁLCICO PURO EM TRÊS TAMANHOS DIFERENTES DE PARTÍCULAS**

**Ana Paula Machado Barcelos**

**Isadora Romagna de Bem**

## **RESUMO**

Cimentos à base de silicato de cálcio, como o agregado de trióxido mineral, são materiais com ótimas qualidades bioativas e biocompatíveis que são muito utilizados na odontologia para obturação de canais radiculares, capeamento pulpar direto e indireto, reparo de perfurações de raiz, apicogênese, tratamento endodôntico em dentes decíduos e tratar hipersensibilidade dentária. Apesar de suas qualidades excelentes, ele também possui algumas desvantagens. Por ser um material promissor, é importante estudá-lo mais a fundo em busca de aprimoração. O objetivo deste trabalho é estudar o Cimento de Silicato Tricálcico Puro, que é o material base do agregado de trióxido mineral, em diferentes tamanhos de partículas e analisar suas propriedades de solubilidade.

**Palavras-chaves:** Cimento de Silicato de Cálcio. Solubilidade. Materiais endodônticos.

## **INTRODUÇÃO**

Cimentos à base do silicato de cálcio são materiais que vêm sendo utilizados na área da odontologia há mais de 20 anos, principalmente nas áreas de cirurgia oral e endodontia<sup>1</sup>, por suas diversas aplicações clínicas: para reparo em casos de cirurgias radiculares, obturação de canais radiculares, capeamento pulpar direto e indireto, reparo de perfurações de raiz, apicogênese, tratamento endodôntico em dentes decíduos e tratamento de hipersensibilidade dentária<sup>1,2</sup>.

Possui excelentes qualidades bioativas, biocompatíveis e bactericidas<sup>1</sup>. Os materiais bioativos têm a capacidade de induzir atividades biológicas no local em que forem utilizados, favorecendo a regeneração de tecidos por meio da mineralização promovida pela proliferação,

da migração e da diferenciação celular, em células formadoras de tecido duro, tecido de reparo<sup>3</sup>. Já a biocompatibilidade é uma característica que um material possui quando em contato com tecido do corpo humano não apresenta toxicidade, não causa danos, nem interfere negativamente no reparo celular<sup>4</sup>.

Dentre suas qualidades, os cimentos à base de silicato de cálcio possuem capacidade de expansão em ambiente úmido por isso eles são considerados um material de vedação<sup>1</sup>, fornecendo, após a sua presa, fixação e estabilidade satisfatórias na dentina e no osso<sup>5</sup>. Quando em contato com a água, acontece o processo de hidratação e alcalinização, as partículas hidrofílicas endurecem e é liberado íons cálcio e hidroxila, que continua sendo liberado por muito tempo, estimulando o processo de mineralização e a ação antimicrobiana<sup>1,6</sup>.

O material agregado de trióxido mineral (MTA) é o cimento à base de silicato de cálcio, mais conhecido e utilizado atualmente e considerado padrão ouro para reparo em casos de cirurgias radiculares<sup>7</sup>. Porém, apesar de suas excelentes qualidades, o material possui algumas desvantagens, como o longo tempo de presa, baixa radiopacidade, alto custo e difícil manuseio<sup>1</sup>. Levando os autores a estudarem o Silicato Tricálcico Puro, que é sua matéria-prima.

Com a liberação de íons do hidróxido de cálcio do cimento de silicato de cálcio, a solubilidade do material endodôntico no meio aquoso em contato com fluídos fisiológicos do tecido pode influenciar no resultado do tratamento<sup>8,9</sup>. Com o teste de solubilidade dos materiais odontológicos, é possível analisar sua degradação, durabilidade, propriedade bactericida, e observar o processo de endurecimento dos cimentos endodônticos<sup>10</sup>.

Quanto menor o tamanho da partícula, maior a área de superfície de reação. Assim, diferentes tamanhos de partículas do cimento podem se comportar de maneira diferente, influenciando na identificação de qual tamanho de partícula apresenta as melhores propriedades físico-químicas e biológicas<sup>11</sup>.

O objetivo desse trabalho é avaliar a solubilidade em três diferentes tamanhos de partículas do Cimento de Silicato Tricálcico Puro, e assim identificar qual tamanho de partícula apresenta as melhores qualidades nessa propriedade para uso clínico odontológico.

## **MATERIAIS E MÉTODOS**

Este estudo foi qualitativo, transversal e experimental. Ele foi realizado no Laboratório de Química da Universidade do Extremo Sul Catarinense (UNESC), sob a supervisão do professor orientador.

Para a realização do experimento, utilizou-se cimento de Silicato Tricálcico (Mineral Research Processing, Meyzieu, França).

O cimento passou pela técnica de moagem para diminuição de tamanho de suas partículas pelo moinho de alta energia Retsch, modelo PM 100 (Alemanha) por via úmida. A moagem usou microesferas de zircônia com diâmetro de 0,3 a 0,4 um e álcool anidro por 1 hora para produzir o grupo Moído e por 2 horas para formar o grupo Super Moído. O material foi seco em estufa CIENLAB (Brasil) por 24 horas a 37° C.

Foram criados três tamanhos de partículas conforme os grupos da Tabela 1.

Tabela 1 - Grupos de testes e tamanho das partículas correspondentes

Grupos	Tamanho médio
Bruto (antes da moagem)	5µm
Moída puro	2,79µm
Super moído puro	< 1µm

Fonte: Elaborado pelas pesquisadoras (2021).

Para o preparo, foram realizadas pesagens do Cimento de Silicato Tricálcico Puro em balança semianalítica eletrônica de precisão (Ohaus Corp., Pine Brook, NJ, EUA) e a mistura dos componentes foi realizada manualmente. A manipulação foi feita dos três tamanhos diferentes de partículas (bruto, moído e super moído) separadamente, do Cimento de Silicato Tricálcico Puro com H<sub>2</sub>O pura (água deionizada), medida com uma micropipeta manocanal de volume variável, em uma proporção pó/água de 1g/0,66ml com a auxílio de uma espátula metálica flexível número 24 (SS White/ Duflex, Rio de Janeiro, RJ, Brasil) realizando-se uma espátulação vigorosa, sobre uma placa de vidro lisa e limpa, até a obtenção de uma pasta de consistência homogênea.

Após a manipulação do cimento, ele foi depositado com auxílio da espátula e espátula ROMBA em moldes de plástico (previamente confeccionado para esse fim) para confecção das amostras (n=5) com tamanho de um milímetro de espessura e oito milímetros de diâmetro interno. Em sequência, foi realizada uma pressão com a matriz de poliéster e a

lâmina de vidro sobre a superfície das amostras para promover a superfície lisa e reta. As superfícies do molde foram protegidas com vaselina sólida.

Quanto à solubilidade do cimento, ela foi medida de acordo com a especificação norma nº 57 da American Dental Association (ANSI/ADA).

As amostras já confeccionadas de acordo com o indicado com o cimento (bruto, moído e o super moído), foram dispostas sobre uma superfície de papel celofane.

As amostras foram colocadas na estufa com a temperatura 37° e a 95% de Umidade Relativa (UR) durante nove horas. Em seguida, foram colocadas no dessecador por 24 horas. Foram retiradas e pesadas individualmente na balança analítica de precisão (Gehaka, modelo AG 200), registrando o resultado.

As amostras foram colocadas em um pote de plástico com tampa e suspensas por um fio de nylon preso aos recipientes contendo 15ml de água deionizada e 15ml de água destilada. Os recipientes permaneceram na estufa a 37° e a 95% de Umidade Relativa (UR) por 30 dias. Após esse período, as amostras foram retiradas da estufa e colocadas no dessecador por 24 horas. A massa das amostras foi medida novamente e feito o registro dos resultados em grama e passado para porcentagem conforme a fórmula exposta na Figura 1.

Figura 1 – Peso em porcentagem

$$\text{Peso em porcentagem (\%)} = \frac{(\text{Peso Inicial} - \text{Peso Final})}{\text{Peso Inicial}} \times 100$$

Fonte: Elaborado pelas pesquisadoras (2021).

Os dados coletados foram digitados no programa Microsoft Office Excel 2020 e exportados para o software estatístico SPSS versão 20.0 (SPSS Inc, Chicago, II, EUA). Para a verificação da suposição de normalidade dos dados da variável aleatória “Solubilidade das partículas de cimento Bruto, Moído e Super Moído”, o teste estatístico de *Shapiro-Wilk* foi realizado.

Foi identificado em um estudo<sup>12</sup> que o teste de *Shapiro-Wilk* mostrou-se o mais adequado para testar a normalidade dos dados de uma amostra, resultado este corroborando com o escrito por Zar<sup>13</sup> e justificando a escolha do teste para o presente estudo. A formulação de hipóteses para o teste *Shapiro-Wilk* é descrito na Figura 2.

Figura 2 – Formulação de hipóteses para o teste *Shapiro-Wilk*

$$\begin{cases} H_0: \text{a amostra provém de uma distribuição normal} \\ H_1: \text{a amostra não provém de uma distribuição normal} \end{cases}$$

Fonte: Elaborado pelas pesquisadoras (2021).

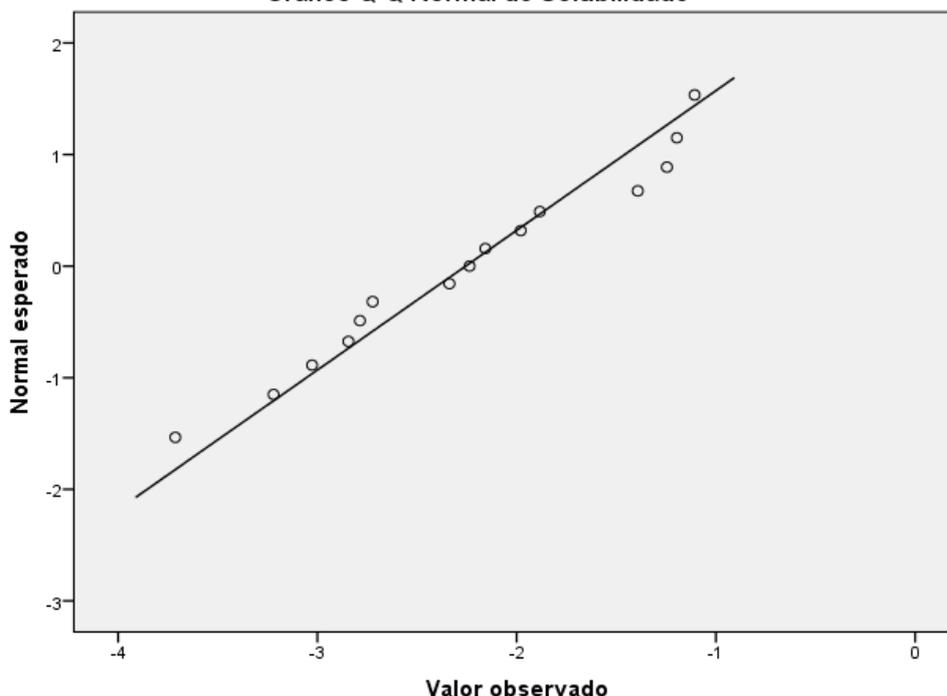
O teste estatístico paramétrico Análise de Variância (ANOVA) foi utilizado para verificar se existe diferença significativa ou não entre a Solubilidade das partículas de cimento dos três grupos de tamanhos de partículas (Bruto, Moído e Super Moído). Para todos os testes estatísticos, foi adotado o nível de significância ( $\alpha$ ) de 5% e intervalo de confiança de 95%.

## RESULTADOS

Após a aplicação do teste de *Shapiro-Wilk*, os valores de solubilidade das partículas testadas apresentaram aderência à distribuição normal (p-valor = 0,637).

Ao se analisar a Figura 3, pode-se verificar que os valores observados padronizados da amostra estão bem próximos à reta de valores normais esperados, comprovando assim a normalidade dos dados.

Figura 3 – Gráfico Q-Q Plot para teste de normalidade da solubilidade  
**Gráfico Q-Q Normal de Solubilidade**



Fonte: Elaborado pelas pesquisadoras (2021).

Para a utilização de testes de inferências estatísticas paramétricas, os valores da variável estudada devem apresentar aderência a distribuição normal ou aproximação normal, característica comum das variáveis quantitativas<sup>14</sup>. Assim, o teste de Análise de Variância (ANOVA) foi utilizado e verificou-se que não houve diferença estatística significativa entre os valores médios de solubilidade nos três grupos de tamanho de partículas estudados (p-valor = 0,326), conforme apresenta a Tabela 2.

Tabela 2 – Estatísticas descritivas dos valores de solubilidades dos três grupos

Grupos	n	Média	Desvio Padrão	Mínimo	Máximo	p-valor
Bruto	5	-2,57%	0,7%	-3,71%	-1,98%	0,326
Móido puro	5	-1,82%	0,93%	-3,22%	-1,11%	
Super móido	5	-2,37%	0,7%	-3,03%	-1,39%	

Fonte: Elaborado pelas pesquisadoras (2021).

## DISCUSSÃO

Estabeleceu-se uma única categoria para discussão, que é a solubilidade do cimento experimental.

### **Categoria 01: Solubilidade do cimento experimental**

O Cimento de silicato de tricálcico foi selecionado para uso nesse estudo devido às suas excelentes qualidades bioativas, biocompatíveis e bactericidas, sendo assim um material que clinicamente trará bons resultados em suas diversas indicações<sup>1</sup>.

A importância da análise da solubilidade de cimentos endodônticos está relacionada ao fato de ela influenciar no processo de alcalinização e liberação de íons cálcio, que estimula o processo de mineralização<sup>6</sup>. Assim, considera-se importante seguir normas para não comprometer o selamento, já que a alta solubilização pode conduzir a espaços vazios<sup>6</sup>, afetando a estabilidade, integridade e durabilidade.

A solubilidade é avaliada pelos padrões com a especificação norma nº 57 da American Dental Association (ANSI/ADA). A norma exige que solubilidade não deva exceder 3% da massa para um selante de canal radicular em água destilada. A solubilidade pode ser conferida à formação de hidróxido de cálcio durante o endurecimento de silicatos tricálcicos, que é dissolvido no teste de solubilidade<sup>15,16</sup>.

É importante salientar que condições clínicas diferem do resultado *in vitro*, uma vez que a imersão dos materiais na solução acontece após a presa final dos mesmos, fato que não acontece nas condições clínicas<sup>6</sup>.

O presente estudo comparou três diferentes tamanhos de partículas do cimento tricálcico puro em termos de solubilidade. Os resultados deste estudo registraram que não houve diferença significativa entre os tamanhos de partículas testadas. Apresentando valores de -2,57%, -1,82% e -2,37%, se encontrando dentro do exigido pela norma nº 57.

Apesar de as partículas apresentarem tamanhos e reatividades diferentes, neste estudo não foram encontradas diferenças estatísticas entre os diferentes tamanhos de partículas, mostrando com isso que nesse teste de solubilidade o tamanho não seria um fator relevante para se analisar no cimento tricálcico puro.

O aumento de peso pode ser explicado devido aos poros e capilares vazios, que absorvem a água que passará a participar do processo de hidratação, aumentando o peso, como acontece no MTA<sup>17</sup>.

Os valores de solubilidade podem não corresponder ao valor exato do material solúvel liberado pelo MTA. Os resíduos fixam o dióxido de carbono atmosférico, durante o processo de secagem da norma ISO 6876, aumentando sua massa. A molécula de hidróxido de

cálcio unida em uma molécula de dióxido de carbono pode aumentar seu peso em torno de 35%<sup>18</sup>. Pode-se considerar, também, o processo de hidratação, que acontece com o cimento de silicato hidratado, ele pode ganhar peso no estado gel para sólido.

Diferentemente do que outros estudos apresentam, os resultados aqui expostos apresentaram ganho de peso enquanto a maioria resultou em diminuição de massa<sup>15,19</sup>.

## CONCLUSÕES

O presente estudo identificou que a solubilidade do cimento de silicato tricálcico é considerada baixa nos tamanhos das partículas analisadas, sendo que os resultados apontaram que não houve diferença significativa entre os diferentes tamanhos de partículas, estando as três dentro do aceitável para uso clínico odontológico.

Sugere-se que mais pesquisas como essa sejam realizadas analisando as propriedades especificamente do cimento de silicato tricálcico.

## REFERÊNCIAS

1. Prati C, Gandolfi MG. Calcium silicate bioactive cements: Biological perspectives and clinical applications. *Dent Mater*. 2015 Apr;31(4):351-70.
2. Chen CC, Shie MY, Ding SJ. Human dental pulp cell responses to new calcium silicate-based endodontic materials. *Int Endod J*. 2011;44(9):836-42.
3. Niu LN, Jiao K, Wang TD, Zhang W, Camilleri J, Bergeron BE, et al. A review of the bioactivity of hydraulic calcium silicate cements. *J Dent*. 2014;42(5):517-33.
4. Williams D. On the mechanisms of biocompatibility. *Biomaterials* 2008;29:2941-3046.
5. Matović I, Ilić DV, Petrović R, Ostojić D. The application of MTA as apical plug for root canal obturation – in vitro study. *Serb Dent J*. 2018;65(2):71-7.
6. Costa BC, Campos CN, Duarte MAH, Chaves MGAM, Grizzo LT, Tanomaru-Filho M. Physicochemical analysis of MTA and Portland cement associated with four different radiopacifiers. *Rev Odontol UNESP* 2014;43(4):228-35.
7. Yılmaz B, Dinçol ME, Yalçın TY. A bibliometric analysis of the 103 top-cited articles in endodontics. *Acta Odontol Scand*. 2019;77(8):574-83.

8. Islam I, Chng HK, Yap AU. Comparison of the physical and mechanical properties of MTA and portland cement. *J Endod.* 2006;32(3):193-7.
9. Basturk FB, Nekoofar MH, Gunday M, Dummer PM. Effect of varying water-to-powder ratios and ultrasonic placement on the compressive strength of mineral trioxide aggregate. *J Endod.* 2015;41(4):531-4.
10. Torres FFE, Guerreiro-Tanomaru JM, Bosso-Martelo R, Espir CG, Camilleri J, Tanomaru-Filho M. Solubility, Porosity, Dimensional and Volumetric Change of Endodontic Sealers. *Braz Dent J.* 2019;30(4):368-73.
11. Anusavice K, Shen C, Rawls HR. *Phillips Materiais Dentários*. 12.ed. Rio de Janeiro: Elsevier; 2013.
12. Torman VBL, Coster R, Riboldi J. Normalidade de variáveis: métodos de verificação e comparação de alguns testes não-paramétricos por simulação. *Revista HCPA* 2012;32(2):227-43.
13. Zar JH. *Biostatistical analysis*. Upper Saddle River:Prentice Hall; 1999.
14. Callegari-Jaques SM. *Bioestatística: Princípios e Aplicações*. Porto Alegre: Artmed; 2003.
15. Komabayashi T, Colmenar D, Cvach N, Bhat A, Primus C, Imai Y. Comprehensive review of current endodontic sealers. *Dent Mater J.* 2020;39(5):703-720.
16. Carvalho-Junior JR, Correr-Sobrinho L, Correr AB, Sinhoreti MA, Consani S, Sousa-Neto MD. Solubility and dimensional change after setting of root canal sealers: a proposal for smaller dimensions of test samples. *J Endod.* 2007;33(9):1110-6.
17. Alazrag MA, Abu-Seida AM, El-Batouty KM, El Ashry SH. Marginal adaptation, solubility and biocompatibility of TheraCal LC compared with MTA-angelus and biodentine as a furcation perforation repair material. *BMC Oral Health.* 2020;20(1):298.
18. Fridland M, Rosado R. MTA solubility: a long term study. *J Endod.* 2005;31(5):376-9.
19. Gandolfi MG, Siboni F, Primus CM, Prati C. Ion release, porosity, solubility, and bioactivity of MTA Plus tricalcium silicate. *J Endod.* 2014 Oct;40(10):1632-7.