

UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA
DEPARTAMENTO DE ODONTOLOGIA

Jessica Coelho Wasielewsky

**INFLUÊNCIA DA ADIÇÃO DE DIFERENTES CONCENTRAÇÕES DE
CARBONATO DE CÁLCIO NANOPARTICULADO NAS PROPRIEDADES FÍSICO-
QUÍMICAS DO CIMENTO PORTLAND**

Trabalho apresentado à Universidade Federal de Santa Catarina, como requisito para a conclusão do Curso de Graduação em Odontologia.

Orientadora: Prof^a. Dr^a. Cleonice da Silveira Teixeira

Florianópolis

2017

Jessica Coelho Wasielewsky

**INFLUÊNCIA DA ADIÇÃO DE DIFERENTES CONCENTRAÇÕES DE
CARBONATO DE CÁLCIO NANOPARTICULADO NAS PROPRIEDADES FÍSICO-
QUÍMICAS DO CIMENTO PORTLAND**

Este Trabalho de Conclusão de Curso foi julgado adequado para obtenção do título de cirurgião-dentista e aprovado em sua forma final pelo Departamento de Odontologia da Universidade Federal de Santa Catarina.

Florianópolis, 15 de Maio de 2017,

Banca Examinadora:

Prof.^a, Dr.^a Cleonice da Silveira Teixeira

Orientadora

Universidade Federal de Santa Catarina

Prof.^a Anarela Bernardi Vassen

Membro

Universidade do Extremo Sul Catarinense

Prof., Dr. Eduardo Antunes Bortoluzzi

Membro

Universidade Federal de Santa Catarina

Dedico este trabalho aos meus pais,
Moacir e Maristela, e ao meu irmão Jullian,
pelo apoio durante toda a minha vida.

AGRADECIMENTOS

Este trabalho simboliza o fim de uma etapa muito importante. Foi uma trajetória difícil, mas felizmente, nada solitária. Gostaria de agradecer a todos que contribuíram para que a conclusão dessa jornada fosse possível.

Agradeço a **Deus**, por me guiar pelos melhores caminhos, por todas as oportunidades ofertadas e por me dar forças para não desistir.

Aos melhores pais do mundo, **Moacir e Maristela**, por tudo! Não vou conseguir em uma vida agradecer o que vocês fizeram e fazem por mim. Muito obrigada, pelo apoio incondicional, por aguentarem minhas crises, por sempre estarem disponíveis mesmo longe, e por me darem “asas”. Obrigada pelas oportunidades e pelas renúncias que vocês tiveram que fazer para conseguir formar os dois filhos na “federal”. Se um dia eu tiver filhos, espero conseguir passar para eles os valores que vocês nos passaram tão bem. Amo muito vocês!

Ao meu irmão **Jullian**. Obrigada por sempre cuidar da tua “maninha” e por ser sempre tão preocupado comigo. Ter um irmão mais velho tão inteligente e dedicado fez toda a diferença, você é meu exemplo. Amo você!

À minha orientadora **Cleonice da Silveira Teixeira**, pela oportunidade e confiança em realizar um projeto tão desafiador. Pelo tempo empregado para fazer com que este trabalho fosse bem executado. Pela dedicação ao curso e aos alunos, sempre muito disposta a ajudar e partilhar seu conhecimento com paciência.

Ao professor **Eduardo Antunes Bortoluzzi**, por ter aceitado compor a banca examinadora, pelo empréstimo dos materiais necessários para a execução da pesquisa e pelo auxílio oferecido nesses últimos semestres, sempre disposto a ajudar quando precisávamos.

Às professoras **Anarela Bernardi Vassen e Thais Mageste Duque** por terem aceitado prontamente meu convite para participar da banca examinadora.

Ao professor **Nelson Makowiecky**, pelo apoio e compreensão nos últimos meses, por estar sempre preocupado com o bem-estar dos alunos e disponível para tornar o curso menos pesado.

Aos **servidores da UFSC**, Sérgio, Rô, Nil, Dai, Neide, Batista e Luis, agradeço todo o auxílio prestado nesses anos de graduação.

À **Universidade Federal de Santa Catarina e ao governo brasileiro**, por esses últimos anos. Apesar das dificuldades, tenho consciência do quão incrível é

poder me formar em uma universidade tão conceituada. Agradeço a possibilidade de participar do Ciência sem fronteiras que foi uma das melhores experiências da minha vida e que me fez amadurecer muito.

À minha dupla querida, **Larissa Gesser**. Foi bom dividir com você os dias de clínica, as angústias e os inúmeros momentos engraçados que passamos.

À **Giovanna Slongo**, pela parceria, pela amizade criada, e pelos momentos compartilhados. Dividimos as lágrimas e as alegrias. Uma estava ali para acalmar a outra quando achávamos que não ia dar certo, e isso fez com que todo o processo ficasse menos difícil.

Aos **amigos** feitos durante toda a vida. Obrigada por me ouvirem, por me apoiarem, por me ajudarem a ter forças quando achei que não conseguiria mais.

A todos que de alguma forma contribuíram para que eu chegasse até aqui. Tudo fica melhor quando eu percebo quantas pessoas maravilhosas eu tenho em minha vida. Muito obrigada!

O sucesso nasce do querer, da determinação e persistência em se chegar a um objetivo. Mesmo não atingindo o alvo, quem busca e vence obstáculos, no mínimo fará coisas admiráveis.

(José de Alencar)

RESUMO

Objetivos: O cimento Portland tem sido amplamente pesquisado devido à sua similaridade ao MTA e ao seu menor custo. Este estudo teve como objetivos avaliar a influência da adição de diferentes concentrações de carbonato de cálcio nanoparticulado (NPCC) no tempo de presa (TP), resistência à compressão (RC), estabilidade dimensional (ALT), solubilidade (SOL) e pH do cimento Portland (CP) tipo branco. **Materiais e Métodos:** o Cimento Portland (1g) foi manipulado com água destilada (0,330ml) e NPCC de acordo com o especificado para cada grupo: G1 (controle - sem NPCC); G2 (0,5% de NPCC), G3 (1% de NPCC), G4 (2% de NPCC) e G5 (5% de NPCC). TP foi medido através de uma agulha tipo Gillmore. As médias de RC e ALT foram medidas com o uso de 6 espécimes para cada grupo/período (24h e 30d), através da Instron e espécimetro digital, respectivamente. Para a SOL, anéis de teflon preenchidos com cimento foram pesados hidratados e desidratados, após 24 horas e 30 dias. A medição do pH foi realizada na água onde os espécimes foram armazenados no teste ALT. A análise estatística foi obtida pelos testes ANOVA e Tukey ($\alpha=5\%$). **Resultados:** Os grupos G2, G3, G4 e G5 apresentaram redução significativa ($p<0,05$) no TP em relação ao grupo controle (G1). A RC após 24h em G1 foi similar aos grupos G2 e G3, e superior aos grupos G4 e G5 ($p<0,01$). Após 30 dias foi observada redução dos valores médios de RC nas amostras do G1, G2, G3 e G4 ($p<0,0001$). ALT e SOL não apresentaram diferença estatística significativa entre os grupos ($p>0,05$). Na avaliação do pH, após 30 dias foi observada redução significativa nas amostras do G3 ($p<0,05$), com valores similares ao G1 e G4. **Conclusão:** A adição do NPCC ao CP influenciou em algumas propriedades do cimento, TP e a RC diminuíram, o pH apresentou redução significativa no G3 em 30 dias. SOL e ALT não apresentaram diferença significativa entre os grupos.

Palavras - chave: Carbonato de cálcio nanoparticulado. Cimento Portland. Nanopartículas.

ABSTRACT

Objectives: Portland cement has been extensively researched due to its similarity to MTA and lower cost. The aim of this study was to evaluate the addition of different concentrations of calcium carbonate nanoparticles to Portland cement (PC) and its influence on setting time (ST), dimensional change (DC), compressive strength (CS), solubility (SOL) and pH. **Materials and Methods:** Portland cement (1g) was handled with distilled water (0.330ml) and NPCC as specified for each group: G1 (PC – no additive); G2 (PC + NPCC 0,5%), G3 (PC + NPCC 1%), G4 (PC + NPCC 2%) e G5 (PC + NPCC 5%). ST was measured using a Gillmore needle. CS and DC mean values were obtained by the measurement of 6 specimens for each group / period using the Instron and digital caliper, respectively. For the SOL test, cement filled teflon rings were weighed hydrated and dehydrated after 24 hours and 30 days. pH was measured in the water where the samples were stored in the DC test. Statistical analysis was obtained by ANOVA and Tukey tests ($\alpha = 5\%$). **Results:** Groups G2, G3, G4 and G5 presented significant reduction ($p < 0.05$) in the ST in relation to the control group (G1). The CS after 24h in G1 was similar to the G2 and G3 groups, and superior to the G4 and G5 groups ($p < 0.01$). After 30 days, a reduction of the mean values of CS was observed in the G1, G2, G3 and G4 samples ($p < 0.0001$). DC and SOL did not present significant statistical difference between the groups ($p > 0.05$). In the pH test, a significant reduction in G3 samples ($p < 0.05$) was observed after 30 days, with similar values to G1 and G4. **Conclusion:** The addition of NPCC to PC influenced on some of the cement's properties. ST and CS decreased, and pH reduced on G3 in 30 days, SOL and DC had no significant difference between groups.

Key-words: Portland cement. Nanoparticulate Calcium Carbonate. Nanoparticles.

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO.....	9
2. OBJETIVOS.....	13
3. MATERIAIS E MÉTODOS.....	14
4. RESULTADOS	18
5. DISCUSSÃO.....	22
6. CONCLUSÃO.....	25
7. REFERÊNCIAS.....	26

1 INTRODUÇÃO

O desenvolvimento de cimentos para uso em Odontologia tem sido tema de diversos estudos, a fim de se obter um material que apresente boas características físico-químicas, mecânicas e biológicas, além de um custo razoável, que permita seu uso em diferentes níveis de saúde, e que contenha todas as propriedades desejáveis para uso clínico. Os cimentos que endurecem por umidade pertencem à classe dos materiais chamados aglomerantes hidráulicos. Esses materiais são também resistentes à umidade, e têm como exemplos o cimento Portland (CP), utilizado na construção civil, e o Agregado de Trióxido Mineral (MTA), com composição similar ao Portland e que tem sido aplicado na Odontologia (TAVARES; LUIZ, 1997; OLIVEIRA et al., 2007).

O CP foi patenteado em 1824, por Joseph Aspdin, um construtor inglês que desenvolveu o produto a partir da calcinação da mistura de rochas calcárias derivadas da localidade de Portland, na Inglaterra, e de materiais sílico- argilosos. (TAVARES; LUIZ, 1997). De acordo com a Associação Brasileira do Cimento Portland (ABCP, 2002), o CP é composto de clínquer, que está presente em todos os cimentos, e de adições, que são os componentes que permitem a fabricação dos diferentes tipos de cimentos existentes. Já há alguns anos, o cimento Portland (CP) tem sido apresentado como um material de composição química e propriedades físicas similares ao Agregado de Trióxido Mineral (MTA), com comportamento biológico e tecidual semelhante quando estudado em modelos animais, porém com menor custo (ESTRELA et al., 2000). Esse cimento pode ser uma alternativa mais econômica ao uso do MTA (OLIVEIRA et al., 2007).

O MTA possui várias indicações em endodontia devido à sua excelente capacidade de selamento apical e biocompatibilidade (BROON et al., 2006). Pode ser empregado na obturação de canais radiculares, reparo de perfurações, terapia endodôntica em dentes vitais, como tampão apical em dentes despolpados e com rizogênese incompleta (BOGEN et al., 2008; PARIROKH; TORABINEJAD, 2010). Além disso, tem sido utilizado em pulpotomias de dentes permanentes e decíduos (PIVA et al., 2014). Porém, apesar de suas excelentes características e resultados apresentados nesses estudos, o MTA apresenta algumas desvantagens tais como:

descoloração dentária; dificuldade de inserção em cavidades e perfurações devido à sua textura arenosa; e elevado tempo de presa, que pode ocasionar solubilidade e desintegração do material, aumentando as chances de que o mesmo se desloque da cavidade onde foi inserido (BORTOLUZZI et al., 2007; KIM et al., 2015).

O MTA e o CP são materiais muito semelhantes microscopicamente e macroscopicamente, além de apresentarem biocompatibilidade (WUCHERPFENNING; GREEN, 1999). Broon et al. (2006) avaliaram o reparo de perfurações, em dentes de cães, tratadas com ProRoot MTA, MTA Angelus e cimento Portland branco. Esses autores concluíram que os três materiais propiciaram o selamento da perfuração com tecido mineralizado. Em outro estudo, Silva et al. (2015) verificaram o reparo de lesões perirradiculares em pacientes submetidos ao tratamento endodôntico utilizando o MTA e o cimento Portland. Concluiu-se que ambos os materiais permitiram o sucesso do tratamento, não havendo diferenças significativas quanto à formação óssea comparando os dois materiais. Borges et al. (2014) fizeram um acompanhamento por aproximadamente dez anos de dois casos clínicos de dentes que apresentavam perfurações e que foram selados com CP. Em ambos os casos, o reparo tecidual foi observado radiograficamente e, clinicamente, foi constatada a ausência de dor, edema, fístulas ou bolsas periodontais. Melo Júnior et al. (2015) avaliaram a atividade antimicrobiana do cimento Portland e do MTA contra algumas bactérias cariogênicas: *Streptococcus mutans*, *Enterococcus faecalis*, *Lactobacillus acidophilus* e *Lactobacillus casei*. Os materiais demonstraram propriedades antimicrobianas semelhantes, apresentando halos de inibição contra todas as bactérias testadas, exceto contra o *Enterococcus faecalis*.

Dos 15 elementos presentes no MTA, 14 são também encontrados no cimento Portland, sem diferenças quantitativas significantes entre eles, com exceção do óxido de bismuto, um radiopacificador presente apenas no MTA (FUNTEAS et al., 2003; CAMILLERI et al., 2005). Devido a essas similaridades alguns aditivos utilizados para melhorar as características do MTA podem ser testados no CP e vice-versa (BORTOLUZZI et al., 2007; VIOLA et al., 2011).

Alguns estudos avaliaram a influência da adição de diferentes radiopacificadores ao Cimento Portland e apresentaram resultados semelhantes, concluindo que o acréscimo de óxido de bismuto proporciona maior radiopacidade ao

Cimento Portland, semelhante à proporcionada ao MTA Angelus (SILVA et al., 2015). Esta radiopacidade é maior que a da dentina (DUARTE et al., 2009) e similar à da guta-percha (BODANEZI et al., 2009). Camilleri et al. (2010) avaliaram o Cimento Portland quando acrescido de diferentes radiopacificadores e concluíram que a adição da liga de prata/estanho resultou em propriedades físicas, químicas e mecânicas similares ao ProRoot MTA. Ginebra et al. (2003) testaram o efeito do tamanho das partículas do cimento de fosfato de cálcio na reação de presa do material, concluindo que a dimensão das partículas é um fator chave que interfere significativamente nas propriedades físico-químicas do cimento, influenciando na reação química e mecânica de consolidação do mesmo.

A nanotecnologia é um dos campos mais estudados e em maior desenvolvimento atualmente, envolvendo estruturas medindo entre 1 e 100 nanômetros e que podem ser integradas a outras maiores, criando novos e melhores materiais. Devido ao seu menor tamanho, o uso das nanopartículas pode aperfeiçoar a biocompatibilidade dos materiais aos quais são adicionadas (HAMOUDA et al., 2012). Na odontologia, as nanopartículas estão sendo utilizadas para aprimorar o brilho, aumentar a resistência ao desgaste e melhorar a resistência dos materiais restauradores e cimentícios (SUBRAMANI, 2012). Entre as adições utilizadas no processo de fabricação do Cimento Portland estão os materiais carbonáticos, que apresentam carbonato de cálcio convencional ou nanoparticulado em sua composição. Este componente melhora a trabalhabilidade do material e serve como *filler* calcário, já que as partículas desse aditivo possuem dimensões adequadas para se alojarem entre as demais partículas constituintes do cimento (ABCP, 2002).

O carbonato de cálcio nanoparticulado (NPCC) pode ser utilizado para aprimorar os cimentos de uso odontológico. No estudo de Bernardi et al. (2017) os autores avaliaram o tempo de presa, alteração dimensional, solubilidade, pH, e resistência à compressão do MTA Angelus após adição de NPCC. A mesma quantidade de água foi utilizada durante a manipulação da substância nos diferentes testes, enquanto a quantidade das nanopartículas adicionadas ao MTA variou nas concentrações de 5% e 10%, com a finalidade de verificar a influência dessa variação nas propriedades finais do material. Os resultados mostraram uma redução significativa no tempo de presa do MTA com o aditivo, enquanto a resistência à

compressão diminuiu. Segundo os autores, isso pode ser explicado pela elevada concentração de nanopartículas utilizada, o que leva à substituição de parte do cimento por um material inerte, resultando em uma estrutura mais frágil (BONAVETTI et al., 2003). A solubilidade variou em todos os grupos, mas se manteve de acordo ao padrão estabelecido pela ISO. Nos quesitos alteração dimensional e pH, nas primeiras 24 horas não houve diferenças significativas entre os grupos, mas no período de 30 dias, o MTA com adição de nanopartículas obteve um pH maior que o MTA sem aditivos, sendo que entre os três grupos, o do MTA com adição de 5% de nanopartículas obteve a menor alteração dimensional.

Diante do exposto, percebe-se a necessidade de realização de novos estudos, principalmente para observar os efeitos da adição de menores concentrações de nanopartículas aos cimentos Portland e ao MTA, a fim de aprimorar as propriedades desses cimentos.

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivo geral

Avaliar a influência da adição de carbonato de cálcio nanoparticulado (NPCC) ao cimento Portland (CP) com relação às suas propriedades físicas, químicas e mecânicas.

2.2 Objetivos Específicos

Avaliar a adição de diferentes concentrações de NPCC ao cimento Portland quanto à (ao):

- Tempo de presa;
- Estabilidade dimensional;
- Solubilidade e desintegração;
- Resistência à compressão;
- Análise do pH.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

Nesta pesquisa foi utilizado o Cimento Portland branco, composto, não estrutural (Certa Argamassas, Itajaí, Brasil) e uma pasta de carbonato de cálcio nanoparticulado (NPCC) obtida a partir da mistura do pó de NPCC manipulado com o dispersante propilenoglicol.

Para a execução do experimento, o Cimento Portland (1g) foi manipulado conforme as orientações do fabricante (G1), ou com a adição de NPCC nos percentuais de 0,5% (G2) , 1% (G3), 2% (G4) e 5% (G5) conforme consta na Tabela 1.

Tabela 1 – Proporções utilizadas na manipulação dos materiais

GRUPOS	CIMENTO + ADITIVO	ÁGUA +PROPILENOGLICOL*
G1	Cimento Portland (1g)	0,33 mL
G2	Cimento Portland + 0,5 % NPCC	0,32 mL + 0,01 mL
G3	Cimento Portland + 1 % NPCC	0,32 mL + 0,01 mL
G4	Cimento Portland + 2% NPCC	0,31 mL + 0,02 mL
G5	Cimento Portland + 5 % NPCC	0,28 mL + 0,05 mL

*A quantidade de água acrescida foi calculada de acordo com a quantidade de propilenoglicol utilizado na manipulação da pasta de NPCC, o que resultou na mesma quantidade de líquido nos diversos grupos.

Tempo de Presa

Foram confeccionadas matrizes de gesso com cavidades em forma de disco, com diâmetro interno de 10 mm e altura de 1 mm. As matrizes foram armazenadas a 37°C e umidade relativa de 95%. Após 24 h, as cavidades foram preenchidas com os cimentos manipulados de acordo com o especificado para cada grupo (TABELA 1).

Uma agulha tipo *Gillmore*, 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

inicialmente uma indentação, que foi repetida algumas vezes, em intervalos alternados e em diferentes áreas, até a marcação não ser mais visível. Foram realizadas aferições em 3 corpos de prova para cada grupo. O tempo de presa do cimento foi considerado do início da mistura até o momento em que a marca da agulha não promovia mais identações visíveis.

Estabilidade Dimensional

Para cada grupo foram confeccionadas 6 amostras cilíndricas para o período de 24 h e 6 amostras para o período de 30 dias, totalizando 12 amostras. Estas foram confeccionadas a partir de moldes de teflon com dimensões de 3,58 mm de altura por 3 mm de diâmetro, de acordo com Carvalho-Junior et al. (2007).

Os moldes foram colocados sobre uma lâmina de vidro medindo 1 mm de espessura por 25 mm de largura e 75 mm de comprimento, envolta em uma fina lâmina de papel transparência. Em seguida, os moldes foram preenchidos com os cimentos manipulados, de tal modo que ficasse um ligeiro excesso de material sobre a extremidade superior dos mesmos. Então uma lâmina de microscópio envolvida em outra lâmina de papel transparência foi posicionada sobre a superfície superior do molde. Todo o conjunto formado pela lâmina de microscópio, lâmina de transparência e, no meio, o molde contendo o material, foi unido por um grampo em forma de C. Após 5 min do início da mistura, o conjunto foi transferido para uma estufa a $37 \text{ }^\circ\text{C} \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$, com umidade relativa de 95% por 24 h. Então, a superfície dos cimentos foi regularizada com lixa d'água 600 (3M, São Paulo, SP, Brasil) sob irrigação com água destilada. As amostras de cada grupo foram removidas de seus moldes e os seus comprimentos após presa (C) medidos com um espessímetro mecânico (Mitutoyo, modelo 7360, RS, Brasil). Logo após, foram colocadas em recipientes individuais contendo 20 mL de água destilada, identificadas pelo grupo e número da amostra e mantidas em estufa a $37 \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$, por 24 h (G_{24h}) ou 30 dias ($G_{30\text{dias}}$) (ADA). Passados os períodos experimentais (24 h ou 30 dias), as amostras foram removidas dos recipientes, o excesso de água retirado com auxílio de papel absorvente e uma nova medição dos comprimentos foi realizada.

A alteração dimensional (ALT) foi calculada pela seguinte fórmula:

$$\frac{C_{\text{final}} - C}{C} \times 100$$

Onde C_{final} dias equivale ao comprimento da amostra após decorrido o período de 24 horas ou 30 dias, nas condições do experimento, e C corresponde ao comprimento inicial da amostra. A alteração dimensional do cimento testado foi a média aritmética das seis repetições realizadas.

Solubilidade

Para cada grupo, foram utilizados 3 anéis de teflon medindo 1,5 mm de espessura e 7,75 mm de diâmetro interno, seguindo metodologia descrita por Carvalho-Júnior et al. (2007). Em cada anel, foi realizada uma perfuração com broca esférica carbide nº 2 para passagem de um fio de nylon, que serviu para a sua suspensão. Os anéis foram preenchidos com os cimentos manipulados e os conjuntos levados à estufa a 37 °C e umidade relativa de 95% por tempo igual a três vezes o tempo de presa de cada cimento (verificados em teste anterior). Foi realizada a remoção dos resíduos com uma lixa d'água 600 (3M, Brasil) e os anéis pesados (P_{H0}) em uma balança de precisão (METTLER modelo PE 160, SP, Brasil). Decorridas 24h em dessecador com sílica, cada anel foi submetido à nova pesagem (P_{D0}). Em seguida, cada anel foi suspenso por fio de nylon, colocados no interior de recipientes plásticos individualizados contendo 30 mL de AD e reconduzidos à estufa a 37 °C. Após trinta dias, os anéis foram retirados dos recipientes plásticos e, depois da remoção do excesso de água, foram pesados (P_{H30d}). Depois, voltaram ao dessecador por 24 h e, após este tempo, foram novamente pesados (P_{D30d}). A solubilidade dos cimentos foi a perda de peso de cada amostra, expressa como percentual do peso perdido em comparação ao peso original.

Resistência à compressão

Moldes de teflon foram confeccionados, de acordo com Carvalho-Junior et al. (2007), com dimensões de 3,58 mm de altura por 3 mm de diâmetro. O material foi espatulado, inserido no interior do molde e mantido em estufa a 37 °C e umidade relativa de 95 %, durante três vezes o tempo de presa. Para cada grupo de cimento foram confeccionadas 6 amostras cilíndricas para o período de 24 h e 6 amostras para o período de 30 dias, resultando em um total de 12 amostras. Após a remoção dos moldes, os espécimes tiveram as superfícies superior e inferior regularizadas com lixa de granulação 600 sob irrigação. Foram então medidos com paquímetro digital, e em seguida estes foram recolocados na estufa a 37 °C e umidade relativa de 95 %, onde permaneceram pelos tempos de 24 h ou 30 dias.

A resistência à compressão dos materiais foi medida na Máquina de Ensaio Universal (Instron 4444, Instron Corp., Canton, MA, USA) com velocidade de cruzeta de 1 mm min⁻¹. A força máxima aplicada para a fratura de cada amostra foi expressa em Mpa (N/mm²), o cálculo foi realizado considerando as cargas máximas (F) em relação ao diâmetro dos espécimes para cálculo da área superficial (A) de aplicação da força.

Análise do pH

A água na qual as amostras do teste de alteração dimensional ficaram imersas foi utilizada para medição do pH através de um pHmetro (Micronal, PH-1700, São Paulo, Brasil) previamente calibrado de acordo com soluções tampão (Ph4,0 e 7,0) e temperatura de 25± 2 °C, mantida constante por ar condicionado. As medições foram feitas após 24 h (C24h), e 30 dias (C30d). O pH da água deionizada foi medido previamente ao armazenamento das amostras, sendo igual a 7,2.

Análise estatística

A análise estatística foi realizada pelos testes de ANOVA e de comparações múltiplas de Tukey com nível de confiabilidade de 95% e de significância de 5% ($\alpha=0,05$) A normalidade e a homogeneidade foram verificados pelos teste de Kolmogorov-Smirnov e Levenne's respectivamente.

4 RESULTADOS

A normalidade dos dados foi verificada pelo teste de Kolmogorov-Smirnov ($p > 0,05$). Os resultados do presente estudo estão expostos nas TABELAS 2 e 3 e na FIGURA 1.

A análise dos dados mostrou que a adição de NPCC ao cimento Portland promoveu diminuição significativa do tempo de presa do cimento em todos as proporções avaliadas (G2: 0,5%; G3: 1%; G4: 2% e G5: 5%) em relação ao grupo controle (G1, Portland puro) (ANOVA e Tukey, $p < 0,0001$). O percentual de 5% de NPCC apresentou o menor tempo de presa do cimento, sendo significativamente diferente dos demais grupos ($p < 0,0001$).

A RC após 24 h das amostras manipuladas com CP puro e água (0,330 mL, G1) foi estatisticamente similar ao grupo manipulado com 0,5% de NPCC (TABELA 1, ANOVA 2-vias, $p > 0,05$) e diferente dos demais grupos acrescidos de NPCC. Após 30 dias foi observado redução estatística significativa ($p < 0,0001$) dos valores médios de RC nos grupos controle e acrescidos de 0,5%, 1% e 2%. O valor médio de RC do grupo acrescido de 5% NPCC após 30 dias foi estatisticamente similar ao obtido após 24 h.

Na avaliação da Alteração Dimensional, independentemente do cimento testado (puro ou com adição de NPCC), ou da proporção de NPCC utilizado, não houve diferença estatística significativa entre os grupos (ANOVA, 2-vias, $p > 0,05$). Contudo, os grupos 1 e 2 tiveram resultados não compatíveis com as normas da ANSI/ADA (2012). Sendo que o G1 obteve como resultado expansão maior do que 0,1% e o G2 apresentou contração maior que 1% em 30 dias. Os demais resultados ficaram dentro do estabelecido pela norma ANSI/ADA (2012). As médias dos percentuais de alteração dimensional em cada grupo analisado ficaram dentro do padrão

recomendado pela ADA (American National Standards Institute/American Dental Association (ANSI/ADA, 2012).

Na avaliação do pH, as leituras mostraram que no período de 24 h não houve diferença entre os grupos. Porém, após 30 dias foi observada redução significativa ($p < 0,05$) no pH do grupo que utilizou aditivo na concentração de 1%. Nos demais grupos, apesar dos valores terem reduzido, não houve diferenças significativas dentro de cada grupo.

Os resultados do teste de Solubilidade estão expostos na TABELA 2. Não foram observadas diferenças significativas na ocorrência de solubilidade entre os grupos após 30 dias, tanto na pesagem dos espécimes hidratados quanto desidratados (TABELA 2, ANOVA 2-vias, $p > 0,5$).

Tabela 2. Média (\bar{X}) e desvios padrão (DP) dos valores do tempo de presa (em min), resistência à compressão (RC) em N, alteração dimensional (ALT) em percentual médio (%), e pH observados nos diferentes grupos.*

Grupos	G1 \bar{X} DP	G2 \bar{X} DP	G3 \bar{X} DP	G4 \bar{X} DP	G5 \bar{X} DP
Tempo de Presa					
Minutos	19,57 ± 2,16 ^A	14,51 ± 0,59 ^B	9,53 ± 0,409 ^C	10,23 ± 0,11 ^C	6,26 ± 0,07 ^D
RC					
24h	38,50 ± 6,67 ^{A, a}	36,37 ± 4,46 ^{A, B, a}	30,15 ± 3,38 ^{A, B, C, a}	26,81 ± 4,72 ^{B, C, a}	22,89 ± 8,68 ^{C, a}
30 dias	12,57 ± 6,75 ^{A, b}	12,44 ± 2,25 ^{A, b}	8,76 ± 5,00 ^{A, b}	9,02 ± 6,12 ^{A, b}	14,29 ± 6,92 ^{A, a}
Alteração Dimensional (%)					
24h	-0,29 ± 1,18 ^{A, a}	-0,69 ± 0,27 ^{A, a}	-0,29 ± 0,95 ^{A, a}	-0,24 ± 0,71 ^{A, a}	-0,08 ± 0,75 ^{A, a}
30 dias	0,75 ± 2,16 ^{A, a}	-1,58 ± 1,29 ^{A, a}	-0,73 ± 0,71 ^{A, a}	-0,92 ± 0,61 ^{A, a}	-0,74 ± 1,20 ^{A, a}
pH					
24h	10,48 ± 0,54 ^{A, a}	10,88 ± 0,01 ^{A, a}	10,76 ± 0,09 ^{A, a}	10,66 ± 0,63 ^{A, a}	10,36 ± 0,93 ^{A, a}
30 dias	9,03 ± 1,23 ^{B, a}	10,86 ± 0,48 ^{A, a}	8,78 ± 1,40 ^{B, b}	9,84 ± 1,29 ^{A, B, a}	8,86 ± 1,19 ^{B, a}

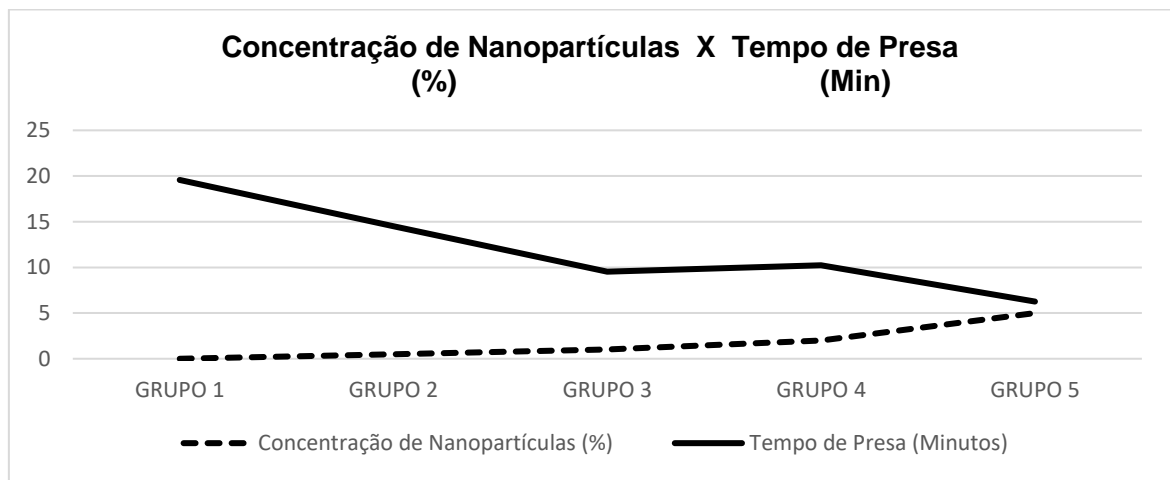
* Letras maiúsculas sobrescritas representam diferença estatisticamente significativa entre os grupos e letras minúsculas entre as linhas, dentro de cada grupo e teste (ANOVA, *Tukey test*, $\alpha = 0,05$). G1 = cimento Portland puro; G2 = Portland + 0,5% NPCC; G3 = Portland + 1% NPCC; G4 = Portland + 2% NPCC; G5 = Portland + 5% NPCC. Valores negativos representam contração do espécime. A quantidade de água, ou água e propileno glycol (grupos acrescidos de NPCC) foi padronizada em 0,330mL para cada 1 g de cimento.

Tabela 3. Percentual médio (\bar{X}) e desvios padrão (DP) dos valores de solubilidade, para cada grupo* em 30 dias, em meio hidratado e desidratado. Valores negativos representam perda de peso (ANOVA, $\alpha = 0,05$).

	G1		G2		G3		G4		G5	
	\bar{X}	DP	\bar{X}	DP	\bar{X}	DP	\bar{X}	DP	\bar{X}	DP
Solubilidade										
Hidratado	0,89	± 0,43	-0,26	± 0,08	0,18	± 0,24	-0,62	± 1,01	-0,35	± 0,13
Desidratado	0,31	± 1,31	1,79	± 2,18	-0,55	± 0,09	-0,51	± 0,05	0,99	± 2,18

*G1 = cimento Portland puro; G2 = Portland + 0,5% NPCC; G3 = Portland + 1% NPCC; G4 = Portland + 2% NPCC; G5 = Portland + 5% NPCC. A quantidade de água, ou água e propilenoglicolcol (grupos acrescidos de NPCC) foi padronizada em 0,330mL para cada 1 g de cimento.

Figura 1. Gráfico do tempo de presa (min) e da concentração de nanopartículas (%) utilizada nos diferentes grupos. Observa-se relação inversamente proporcional entre a concentração de NPCC e o tempo de presa.



5 DISCUSSÃO

Este estudo avaliou as alterações ocorridas nas propriedades físico-químicas do Cimento Portland quando acrescido de carbonato de cálcio nanoparticulado (NPCC). O cimento Portland foi utilizado por ter composição química semelhante ao MTA, além de propriedades equivalentes e menor custo (FUNTEAS et al., 2003; BROON et al., 2006; BORGES et al., 2014; MELO JÚNIOR et al., 2015). O NPCC foi escolhido pois estudos mostraram que sua adição acelera o processo de hidratação do cimento Portland, ocasionando uma melhora em suas propriedades mecânicas (SATO; BEAUDOIN, 2011; XU et al., 2011; LIU et al., 2012, BOST et al., 2016). Camiletti et al. (2013) relataram que altas doses de micropartículas de carbonato de cálcio podem aumentar os efeitos adversos do concreto, sendo então preferível a utilização de nanopartículas, já que pequenas quantidades produziram efeitos similares ou até melhores do que os obtidos pelas micropartículas.

O dispersante utilizado na mistura do cimento Portland com o carbonato de cálcio nanoparticulado foi o propilenoglicol, que é um líquido viscoso e sem cor. Estudos mostraram que seu uso aumenta a fluidez do MTA facilitando sua manipulação e penetração em canais curvos e no selamento de perfurações (NATU et al., 2015). Contudo, a utilização de maiores percentuais de propilenoglicol podem promover o aumento do tempo de presa do material ao qual é acrescido (NATU et al., 2015; DUARTE et al., 2012). No presente estudo, o propilenoglicol foi utilizado em pequenas quantidades de acordo com o percentual de NPCC utilizado, e teve como função evitar o processo de aglomeração que comumente ocorre em materiais nanoparticulados.

Estudos mostram que quanto maior a concentração de CaCO_3 , convencional ou nanoparticulado, mais rápida é a hidratação do cimento (KAKALI et al., 2000; SATO; BEAUDOIN, 2011). Contudo, Liu et al. (2012) apontaram que a quantidade de nanopartículas adicionada ao cimento Portland apresenta uma concentração ideal, e após essa ocorre um declínio nas propriedades do material. As concentrações de 1% e 2% de NPCC apresentaram os melhores resultados nas propriedades mecânicas do material, aumentando sua resistência (XU et al., 2011, LIU et al., 2012), enquanto que concentrações maiores do que 3% resultaram em nenhuma melhoria, ou até mesmo na diminuição da resistência do cimento, quando comparado ao material sem aditivos (LIU et al., 2012). Bernardi et al. (2017) sugeriu que fossem realizados novos

estudos com adição de percentuais mais baixos de NPCC, a fim de avaliar a influência nas propriedades físico químicas do cimento utilizado.

No presente estudo, os testes foram feitos com a prévia manipulação, tanto do NPCC com o dispersante propilenoglicol, quanto do cimento Portland (1g) com a água. A pasta, formada pelo NPCC e dispersante, foi adicionada ao cimento já manipulado. Notou-se a melhora na trabalhabilidade do cimento com a adição das nanopartículas. Estudos anteriores já haviam verificado que o uso de carbonato de cálcio produz um efeito de preenchimento e de lubrificante nos grãos do cimento Portland, aumentando sua fluidez (PERA et al. 1999 apud ELKHADIRI et al. 2002). Essa característica também foi relatada por Camiletti et al. (2013) com o uso de nanopartículas, cujo estudo concluiu que o aumento na fluidez do cimento era diretamente proporcional ao aumento da concentração utilizada de NPCC, entre 0,5 e 5%. O aumento na fluidez é uma vantagem, pois os cimentos requerem trabalhabilidade adequada para cada situação específica. No âmbito odontológico contorna uma das principais desvantagens dos cimentos Portland e MTA, que é a inserção desses materiais em cavidades e perfurações devido à textura arenosa de ambos (BORTOLUZZI et al., 2009; TUTIKIAN; HELENE, 2011; KIM et al., 2015).

Neste trabalho, a adição do NPCC resultou na diminuição do tempo de presa do material. O tempo de presa do grupo com maior concentração de NPCC (G5) foi significativamente mais baixo do que no grupo com menor quantidade de nanopartículas (G2), mostrando uma relação inversamente proporcional entre o tempo de presa e a concentração de aditivo, conforme representado na FIGURA 1. Os resultados encontrados no presente estudo corroboram com os do estudo de Camiletti et al. (2013), onde o aumento na concentração de NPCC ao cimento Portland também reduziu o tempo de presa, sendo que com a concentração de 5% de NPCC o tempo de presa foi reduzido em aproximadamente 60%. Resultado semelhante foi encontrado por Bortoluzzi et al. 2009, com a adição do cloreto de cálcio ao cimento Portland, obtendo a redução de 68,5% no tempo de presa. O tempo de presa reduzido é uma característica desejável para os cimentos utilizados em odontologia, a fim de que não sejam dissolvidos pela saliva e não irrite os tecidos orais (ABDULLAH et al., 2002).

Quanto a resistência à compressão, observou-se a redução desta propriedade nos grupos G2, G3 e G4, no período de 24 horas e 30 dias, conforme a concentração de nanopartículas aumentava. De modo similar ao que acontece com a adição de

maiores concentrações de *filler* calcário ao cimento Portland (BONAVETTI et al., 2003), a redução na resistência à compressão com o uso de maiores concentrações de nanopartículas pode ser explicada pelo efeito de diluição, que ocorre quando parte do cimento é substituído por um material inerte. Isso resulta em menos produtos de hidratação e, portanto, em uma estrutura mais fraca do material. Esse mesmo estudo também observou que com a concentração de 18,1% de calcário, a resistência à compressão reduziu de 8 a 12% em 28 dias.

Camiletti et al. (2013) concluiu que a adição de NPCC ao cimento Portland comum causava o aumento da resistência à compressão inicial do mesmo, sendo este diretamente proporcional à quantidade de aditivo incorporada. Essa divergência de resultados pode ser explicada pela diferença de metodologia utilizada, já que em seu estudo a resistência à compressão obteve os maiores resultados em temperaturas mais baixas (10°C), enquanto em nosso estudo foi utilizado uma estufa a 37°C para armazenamento dos espécimes a fim de simular condições clínicas. No período de 28 dias, seu estudo concluiu que, na temperatura de 10°C, os grupos com concentrações menores que 5% de NPCC tiveram aumento na RC. Contudo na temperatura de 20°C todos os grupos apresentaram redução na RC quando comparado ao grupo controle, assim como obtido em nosso estudo, indicando uma maior eficiência de pequenas quantidades de nanopartículas em temperaturas menores, devido a uma taxa de hidratação mais lenta que resulta em uma microestrutura mais homogênea.

A solubilidade é um fator importante ao se avaliar materiais com finalidade odontológica, sendo que a baixa solubilidade é uma característica positiva dos cimentos obturadores, já que o extravasamento de componentes para fora do canal radicular pode ter efeitos biológicos indesejáveis nos tecidos perirradiculares (GROSSMAN et al., 1978; KAPLAN et al., 1997). Assim como em outros estudos (VIAPIANA et al., 2014; HABIB; HABIB, 2016; BERNARDI et al., 2017), no teste de solubilidade foram utilizados moldes com dimensões propostas por Carvalho Júnior et al. (2007), que são menores do que as sugeridas pelas normas da ISO (2012) e da ADA (2012). A redução das dimensões do molde propicia a utilização de menor quantidade de material e diminui os custos de pesquisas que utilizam materiais mais onerosos, como o MTA. Em nosso estudo, o teste de solubilidade não apresentou diferença estatisticamente significativa no período de 30 dias, e os resultados foram compatíveis com os determinados pela norma da ISO (2012).

No teste de alteração dimensional também foram utilizados os moldes descritos por Carvalho Júnior et al. (2007), e não foi observada diferença estatisticamente significativa entre os grupos. Contudo observou-se expansão maior do que 0,1% no grupo controle (Portland puro) e contração maior do que 1% no grupo adicionado de 0,5% de NPCC, resultados não compatíveis com as normas da ANSI/ADA (2012). Islam et al. (2006) concluíram em seu estudo que o cimento Portland apresentava maior alteração dimensional, na forma de expansão, quando comparado ao MTA, sendo uma característica desfavorável, pois pode ocasionar fraturas radiculares. Já SHAHI et al. (2016) descreveram uma relação entre a diminuição do tempo de presa e o aumento na contração do cimento Portland, com o uso de três diferentes métodos de mistura. A contração do material também pode ser considerada desvantagem, pois pode causar a perda da adaptação marginal e favorecer infiltrações.

A importância de verificar o pH dos materiais endodônticos reside no fato de que a habilidade em formar tecido mineralizado, bem como a ação antimicrobiana, são dependentes de um meio alcalino (GUERREIRO-TANOMARU et al., 2012). Ambientes alcalinos com pH próximo a 12 possuem a capacidade de inibir microorganismos resistentes como a *Enterococcus faecalis* (ESTRELA et al., 2000; MCHUGH et al., 2004). Em outro estudo, Estrela et al. (2000) concluíram que o MTA e o cimento Portland apresentam atividade antimicrobiana muito semelhantes. Em nosso estudo, para o teste do pH, utilizou-se a água onde os espécimes foram armazenados para o teste de alteração dimensional. Todas as amostras apresentaram um valor de pH alcalino, independentemente se a composição do espécime era cimento Portland puro ou adicionado de NPCC. De modo geral, o valor de pH encontrado, em 24h e 30 dias, para o cimento Portland puro, foi semelhante ao encontrado em outros estudos (BORTOLUZZI et al., 2009; GUERREIRO-TANOMARU et al., 2012). Apesar de o grupo G3, com a concentração de 1% de NPCC, ter apresentando diminuição do pH estatisticamente significativa no período de 30 dias, o mesmo se manteve alcalino.

6 CONCLUSÃO

Com o presente estudo verificou-se que o NPCC influenciou em algumas propriedades físico – químicas do cimento Portland. O tempo de presa e a resistência à compressão diminuíram, sendo que houve redução do pH no grupo com adição de

1% de NPCC em 30 dias. Já a alteração dimensional e a solubilidade não foram semelhantes entre os grupos.

7 REFERÊNCIAS

ABCP - ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE CIMENTO PORTLAND. **Guia básico de utilização do cimento Portland**. 7. ed. São Paulo: ABCP, 2002.

ABDULLAH, D, et al. An evaluation of accelerated Portland cement as a restorative material. **Biomaterials**, v.23, n.19, p.4001-4010, 2002.

ANSI/ADA (American National Standards Institute /American Dental Association). **Specification nº 96**: Dental water-based cements, 1994.

ANSI/ADA (American National Standards Institute /American Dental Association). **Specification nº 57 – 2000**: Endodontic Sealing Materials. Reaffirmed by ANSI, 2012.

BERNARDI, A.; et al. Effects of the addition of nanoparticulate calcium carbonate on setting time, dimensional change, compressive strength, solubility and pH of MTA **International Endodontic Journal**, v.50, n.1, p.97-105, 2017.

BODANEZI, A.; et al. Radiopacity of Portland cement added of radiopacifying agents in different proportions, **Revista do Instituto de Ciências da Saúde**, v.27, n.2, p.167-170, 2009.

BOGEN, G., KIM, J. S., BAKLAND, L. K. Direct pulp capping with mineral trioxide aggregate: an observational study. **The Journal of the Dental American Association**. v.139, n.3, p.305-315, 2008.

BONAVETTI, V.; et al. Limestone filler cement in low w/c concrete: A rational use of energy. **Cement and Concrete Research**, v.33, n.6, p.865-871, 2003.

BORGES, A.H.; et al. Portland cement use in dental root perforations: A long term followup. **Case Reports in Dentistry**, v.2014, 2014.

BORTOLUZZI, E. A.; et al . Marginal gingival discoloration by gray MTA: a case report. **Journal of Endodontics**, v.33, p.325-327, 2007.

- 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. **Journal of Endodontics**, v.35, n.4, p.550-554, 2009.
- BOST, P.; et al. Comparison of the accelerating effect of various additions on the early hydration of Portland cement. **Construction and Building Materials**, v.113, p.290 – 296, 2016.
- BROON, N. J.; et al . Healing of root perforations treated with Mineral Trioxide Aggregate (MTA) and Portland cement. **Journal of Applied Oral Science**, v.14, n.5, p.305-311, 2006.
- CAMILETTI, J.; SOLIMAN, A. M.; NEHDI, M. L. Effect of nano-calcium carbonate on early-age properties of ultra-highperformance concrete. **Magazine of Concrete Research**, v.65, n.5, p.297-307, 2013.
- CAMILLERI, J.; et al. The constitution of mineral trioxide aggregate. **Dental Materials**, v.21, n.4, p.297-303, 2005.
- CAMILLERI, J.; et al. Evaluation of the physical properties of an endodontic Portland cement incorporating alternative radiopacifiers used as root-end filling material, **International Endodontics Journal**, v.43, n.3, p.231-240, 2010.
- CARVALHO-JUNIOR, J. R.; et al. Solubility and dimensional change after setting of root canal sealers: a proposal for smaller dimensions of test samples. **Journal of Endodontics**, v.33, n.9, p.1110-1116, 2007.
- DUARTE, M. A.; et al. Radiopacity of Portland Cement associated with different radiopacifying agents. **Journal of Endodontics**., v.35, n.5, p.737-740, 2009.
- DUARTE, M. A.; et al. Evaluation of the propylene glycol association on some physical chemical properties of mineral trioxide aggregate. **International Endodontic Journal**., v.45, n.6, p.565-570, 2012.
- ELKHADIRI, I., et al. Mechanical behaviour of various mortars made by combined fly ash and limestone in Moroccan Portland cement. **Cement and Concrete Research**, v.32, n.10, p.1597-1603, 2002.
- ESTRELA, C. et al. Antimicrobial and chemical study of MTA, Portland cement, calcium hydroxide paste, Sealapex and Dycal. **Brazilian Dental Journal**, v.11, n.1, p.3-9, 2000.

FUNTEAS, U.R.; WALLACE, J.A.; FOCHTMAN, E.W.A. A comparative analysis of Mineral Trioxide Aggregate and Portland Cement. **Australian Endodontics Journal**, v.29, n.1, p.43-44, 2003.

GINEBRA, M. P., DRIESSENS, F.C.M, PLANELL, J.A. Effect of the particle size on the micro and nanostructural features of a calcium phosphate cement: a kinetic analysis. **Biomaterials**, v.25, p.3453-3462, 2003.

GROSSMAN L. I. Solubility of root canal cements. **Journal of Dental Research**, v.57, n.9-10, p.927, 1978.

GUERREIRO-TANOMARU, J. M. et al. pH and antimicrobial activity of Portland cement associated with different radiopacifying agents. **ISRN dentistry**, v.2012, 2012.

HABIB, S.I.; HABIB, A.N.A. Physical evaluation and bioactivity of different pulp capping materials in simulated dentinal fluid. **International Journal of Health Sciences and Research**, v.6, n.9, p.225-238, 2016.

HAMOUDA, I. M., Current perspectives of nanoparticles in medical and dental biomaterials. **Journal of Biomedical Research**, v.26, n.3 p.143–151, 2012.

ISO (International Organization for Standardization). **ISO 6876**: Dentistry – Root sealing materials. Geneva, Switzerland: ISO, 2012.

ISLAM, I.; CHNG, H. K.; YAP, A.U. Comparison of the Physical and Mechanical Properties of MTA and Portland Cement. **Journal of Endodontics**, v.32, n.3, p.193-197, 2006.

KAKALI, G.; et al. Hydration Products of C₃A, C₃S and Portland Cement in the Presence of CaCO₃. **Cement and Concrete Research**, v.30, n.7, p.1073-1077, 2000.

KAPLAN A. E., et al. Disintegration of endodontic cements in water. **Journal of Endodontics**. v.23, p.439-441, 1997.

KIM, J. R; NOSRAT, A.; FOUAD, A.F. Interfacial characteristics of Biodentine and MTA with dentine in simulated body fluid. **Journal of Dentistry**, v.43, n.2, p.241-247, 2015.

LIU, X.; et al. Study on the mechanical properties of cement modified by nanoparticles. **Applied Mechanics and Materials**, v.157-158, p.161-164, 2012.

LIU, X.; et al. Effect of Nano-CaCO₃ on properties of cement paste. **Energy Procedia**, v.16, Parte B, p.991-996, 2012.

MCHUGH C.P, et al. pH required to kill *Enterococcus faecalis* in vitro. **Journal of Endodontics**, v.30, n.4, p.218-219, 2004.

MELO JUNIOR, P.M.R, et al. Evaluation of cariogenic antibacterial activity of mineral trioxide aggregate and Portland cement. RGO, **Revista Gaúcha de Odontologia**, v.63, n.2, p.181-186, 2015.

OLIVEIRA, M.G, et al. Comparative chemical study of MTA and portland cements. **Brazilian Dental Journal**, v.18, n.1, p.3-7, 2007.

PARIROKH, M, TORABINEJAD, M. Mineral trioxide aggregate: a comprehensive literature review--Part I: chemical, physical, and antibacterial properties. **Journal of Endodontics**, v.36, n.1, p.16-27, 2010.

PIVA, F., et al. Pulpotomy in deciduous tooth with mineral trioxid aggregate. **Revista Gaúcha de Odontologia**, v.62, n.4, p.449-452, 2014 .

SATO, T.; BEAUDOIN, J. J. Effect of nano-CaCO₃ on hydration of cement containing supplementary cementitious materials. **Advanced Cement Research**, v.23, n.1, p.33-43, 2011

SHAHI, S.; et al. Effect of different mixing methods on the physical properties of Portland cement. **Journal of Clinical and Experimental Dentistry**, v.8, n.5, p.475, 2016.

SILVA, S.R, et al. Portland cement versus MTA as a root-end filling material. A pilot study. **Acta Cirúrgica Brasileira**, v.30, n.2, p.160-164, 2015 .

SUBRAMANI, K. **Nanotechnologies in Dentistry: Processes, Materials and Applications**. 1.ed. Elsevier. 2012, 409p. Pagina 11.

TAVARES, A.; LUIZ, N. Cimento Portland Composto e Cimento Portland Pozolânico – Propriedades físico – mecânicas e de durabilidade. **Itapessoca Agroindustrial S.A**, 1997, 4p.

TUTIKIAN B.; HELENE P. Dosagem dos concretos de cimento Portland. **Concreto: Ciência e Tecnologia**. V.1, p.415-451, 2011.

VIAPIANA, R.; et al. Physicochemical and mechanical properties of zirconium oxide and niobium oxide modified Portland cement-based experimental endodontic Sealers. **International Endodontics Journal**, v.47, n.5, p.437-448, 2014.

VIOLA, N.V.; TANOMARU FILHO, M.; CERRI, P.S. MTA versus Portland cement: review of literature. **RSBO. Revista Sul-Brasileira de Odontologia**, v.8, n.4, p.446-452, 2011.

WUCHERPFENNING, A.L; GREEN, D.B. Mineral trioxide vs Portland cement: two biocompatible filling materials. **Journal of Endodontics**, v.25, n.308, 1999.

XU, Q.; MENG, T.; HUANG, M. Effect of nano-CaCO₃ on the compressive strength and microstructure of high strength concrete in different curing temperature. **Applied Mechanics and Materials**. v.121-126, p.126-31, 2011.