

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA**  
**CENTRO DE CIÊNCIAS DA SAÚDE**  
**CURSO DE GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA**

**TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO**

**EFEITOS DA ADIÇÃO DE NANOPARTÍCULAS DE CARBONATO DE  
CÁLCIO E DA VARIAÇÃO DA ÁGUA NAS PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS  
DO CIMENTO PORTLAND BRANCO**

Florianópolis

2017

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA**  
**CURSO DE GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA**  
**TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO**

Giovanna Slongo dos Santos

**EFEITOS DA ADIÇÃO DE NANOPARTÍCULAS DE CARBONATO DE  
CÁLCIO E DA VARIAÇÃO DE ÁGUA NAS PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS  
DO CIMENTO PORTLAND BRANCO**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao Departamento de Odontologia da UFSC como requisito para a conclusão do curso de Graduação em Odontologia.

Orientadora: Prof<sup>a</sup>. Dra. Cleonice da Silveira Teixeira

Florianópolis

2017

Giovanna Slongo dos Santos

**EFEITOS DA ADIÇÃO DE NANOPARTICULAS DE CARBONATO DE  
CÁLCIO E DA VARIAÇÃO DA ÁGUA 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:



Profª Dr.ª Cleonice da Silveira Teixeira

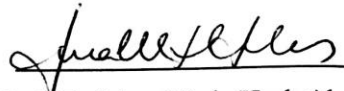
Orientadora

Universidade Federal de Santa Catarina



Profª. Me. Anarela Bernardi Vassen

Universidade do Extremo Sul Catarinense



Profª Dr.ª Ana Maria HeckzAlves

Universidade Federal de Santa Catarina

## **AGRADECIMENTOS**

Inicialmente, eu quero agradecer aos meus pais, Beatriz e Juruci, por toda dedicação, esforço e comprometimento com a minha educação e formação, por estarem presentes em todos os momentos da minha vida, pelo amor e carinho que sempre recebi e pelo incentivo a ir em busca dos meus sonhos e aspirações, com liberdade e perseverança.

Agradeço ao meu irmão Gabriel, pelo exemplo de dedicação aos estudos e ao exercício da profissão, por estar sempre disposto a me ensinar, por ter aberto caminhos e por ser um irmão querido.

Ao meu namorado Leonardo, por ser uma pessoa incrível, meu melhor amigo, com quem eu amo compartilhar todos os momentos da minha vida, por se dedicar a realização dos meus sonhos, pela assistência na minha vida acadêmica, pelo amor incondicional, pela alegria e paz trazida diariamente.

Agradeço minha querida orientadora Prof<sup>ª</sup>. Dr<sup>ª</sup>. Cleonice da Silveira Teixeira, por ter aceitado meu convite para orientar meu trabalho de conclusão de curso, por ter me ensinado com muita paciência e carinho, por perdoar meus erros e inexperiência, pelos conselhos na vida pessoal e profissional, por nunca negar ajuda dentro e fora da sala de aula, por tornar esta etapa mais agradável e por ser uma professora muito dedicada e adorável.

À professora Anarela Bernardi Vassen, pela colaboração e inestimável ajuda neste trabalho.

Às professoras Ana Maria Heck Alves e Thaís Mageste Duque por aceitar o convite de participação da banca examinadora.

À amiga Jessica Wasielewsky, por toda parceria na confecção deste trabalho, por dividir os receios, as responsabilidades, às lágrimas e as alegrias comigo, por tornar o dia-a-dia da pesquisa mais leve e divertido e pela amizade até então construída que considero um presente.

À minha eterna dupla Fabiana Hubbe, por esses anos de faculdade intensamente vividos, desde a comemoração da aprovação no vestibular, às provas estudadas, à incrível experiência do intercâmbio, aos atendimentos de pacientes, por aceitar meus defeitos, por elevar

minha autoestima e principalmente por ter sido a melhor companhia de faculdade que eu pude ter se tornando essencial em minha vida.

À amiga Juliani Peruchi, por ser minha irmã de coração e por me acolher sempre que precisei nesses 22 anos de amizade.

Aos amigos Caroline, Fernanda, Larissa, Leandro e Sara que relevaram minha ausência nos últimos meses, que mesmo distantes me forneceram alegria, carinho e cumplicidade.

Aos meus amigos do curso de odontologia, pela amizade e cumplicidade dos dias vividos e por tornar a graduação mais leve e feliz.

Aos professores do curso de odontologia da UFSC, que fizeram parte da minha trajetória acadêmica e transmitiram seus conhecimentos, experiências profissionais e de vida, com toda dedicação e carinho. A vocês, que me guiaram para além das teorias, das filosofias e das técnicas, expresso os meus maiores agradecimentos e respeito.

Aos pacientes, por terem confiado no meu trabalho, respeitando minhas limitações e inseguranças de aluna que foram fundamentais para meu aprendizado e meu crescimento como ser humano.

À Universidade Federal de Santa Catarina, pelos melhores anos da minha vida.

A todos que de alguma forma contribuíram para minha formação, meus sinceros agradecimentos.

## RESUMO

O cimento Portland tem sido utilizado em experimentos no desenvolvimento de materiais odontológicos por ter composição similar ao MTA e menor custo. O objetivo deste estudo foi avaliar os efeitos da adição de nanopartículas de carbonato de cálcio (NPCC) e da variação de água no tempo de presa, alteração dimensional (ALT), resistência à compressão (RC), solubilidade (SOL) e pH do cimento Portland branco (CP). Os grupos foram compostos por 1 g de CP, puro ou com uma pasta composta por 5% de NPCC e 0,050mL de propilenoglicol usado como dispersante, variando a quantidade de água como segue: G1 (CP/0,33 mL), G2 (CP/NPCC/0,33 mL), G3 (CP/0,29 mL), G4 (CP/NPCC/0,29 mL), G5 (CP/0,26 mL) e G6 (CP/NPCC/0,26 mL). Os testes seguiram as especificações ISO 7668 e ADA 57. As amostras dos testes de ALT e RC foram mensuradas após a presa, 24h e 30 dias. No teste de SOL, anéis foram preenchidos com os cimentos, pesados após a presa e após 30 dias em água. O pH foi medido após 24h e 30 dias. Os dados foram analisados por ANOVA e Tukey ( $\alpha = 5\%$ ). O tempo de presa foi menor ( $p < 0,05$ ) nas amostras com NPCC (G2, G4 e G6) do que nos grupos com cimento puro, e proporcional a quantidade de água. A ALT foi similar em todos os grupos, independente do período (24 h ou 30 dias). Após 24h, a RC no G1 e G3 foi maior ( $p < 0,001$ ) do que nos grupos com NPCC e no grupo G5. Depois de 30 dias houve redução dos valores médios de RC em todos os grupos. Nos testes de SOL não foram observadas diferenças ( $p > 0,05$ ) entre os grupos após 24h ou 30 dias. Na avaliação do pH após 24 h não houve diferença estatística, porém após 30 dias no G6 houve redução significativa do pH. A adição de NPCC ao cimento Portland branco acelerou o tempo de presa, diminuiu a RC após 24h e 30 dias, e reduziu o pH após 30 dias no grupo com menor quantidade de água.

**Palavras-chave:** Agregado Trióxido Mineral; alteração dimensional; cimento Portland; nanopartícula de carbonato de cálcio; pH; resistência à compressão; solubilidade; tempo de presa.

## ABSTRACT

Portland cement has been used in experiments on developing dental materials because of its composition, similar to MTA, and low cost. The objective of this study was to evaluate the addition nanoparticulate calcium carbonate (NPCC) and varying the water proportion and its effects on physical and chemical properties through testing of setting time, dimensional change after setting (DC), compressive strength (CS), solubility (SOL) and pH of white Portland cement (CP). The groups were composed by 1g of CP, pure or with 5% NPCC, with the proportion of water varying: G1 (CP/0.33 mL), G2 (CP/NPCC/0.33 mL), G3 (CP/0.29 mL), G4 (CP/NPCC/0.29 mL), G5 (CP/0.26 mL) e G6 (CP/NPCC/0.26 mL). The tests followed ISO 7668 and ADA 57 specifications. The samples of DC and CS were measured after setting, 24h and 30 days. On the SOL tests, rings were filled with cement, weighted after setting and after 30 days in water. The pH was measured after 24h and 30 days. The data were verified through ANOVA and Tukey ( $\alpha = 5\%$ ). Setting time was smaller ( $p < 0.05$ ) on samples with NPCC (G2, G4, and G6) compared to pure cement, and proportional to the water quantity. The DC was similar in all groups regardless of the period (24h or 30 days). After 24h, CS on G1 and G3 were bigger ( $p < 0,001$ ) than the other groups with NPCC and group G5. After 30 days there was a reduction of the average values of CS in all groups. On SOL tests no differences were observed ( $p > 0.05$ ) between groups after 24h or 30 days. On pH evaluation after 24 hours there was no statistical difference, however, after 30 days on G6 there was significant reduction of the pH. The addition of NPCC to white Portland cement accelerated setting time, reduced CS after 24h and 30 days and reduced the pH after 30 days on the group with the smallest quantity of water.

**Keywords:** Mineral Trioxide Aggregate. Cimento Portland. nanoparticulate calcium carbonate. Setting time. Dimensional change after setting. Compressive strength. Solubility. pH.

## SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO.....</b>	<b>9</b>
<b>2</b>	<b>OBJETIVOS.....</b>	<b>13</b>
	2.1 Objetivo Geral.....	13
	2.2 Objetivos Específicos .....	13
<b>3</b>	<b>MATERIAIS E MÉTODOS .....</b>	<b>14</b>
<b>4</b>	<b>RESULTADOS .....</b>	<b>18</b>
<b>5</b>	<b>DISCUSSÃO.....</b>	<b>17</b>
<b>6</b>	<b>CONCLUSÃO.....</b>	<b>21</b>
<b>7</b>	<b>REFERÊNCIAS.....</b>	<b>22</b>



## 1 INTRODUÇÃO

Os biomateriais são utilizados na Odontologia para o reparo ou substituição dos tecidos dentais e ósseos, e durante seu emprego devem estimular resposta adequada dos tecidos vivos e não induzir a inflamação (BADHURI; BADHURI, 2009). Entre as vantagens apresentadas no uso dos biomateriais está o estímulo à formação de tecidos dentários, num processo decorrente da bioatividade. Registros histológicos indicam que cimento novo pode ser formado adjacientemente a alguns materiais dentários quando colocados em contato com tecidos periodontais (THOMSON et al., 2003). Um desses materiais é o Agregado de Trióxido Mineral (MTA).

O MTA é um derivado do cimento Portland com propriedades químicas similares e foi inicialmente desenvolvido pela Universidade de Loma Linda (Califórnia, EUA) com o intuito de selar as comunicações existentes entre as porções internas e externas do elemento dental (TORABINEJAD; WATSON; PITT FORD, 1993; CAMILLERI, 2008). Esse material apresenta-se sob a forma de um pó cinza ou branco, que se mistura com água destilada na proporção aproximada de 3:1. O pó do MTA é constituído por finas partículas hidrofílicas compostas principalmente por silicatos de cálcio, óxidos de cálcio e óxido de bismuto (ISLAM; CHNG; YAP, 2006). Recentemente, em 2016, a empresa Angelus, lançou o MTA Repair HP (High Plasticity)®, que na sua composição substituiu o radiopacificador utilizado anteriormente, o óxido de bismuto, pelo tungstato de cálcio ( $\text{CaWO}_4$ ) com o intuito de não causar manchamento da raiz ou da coroa dental.

Considerado um biomaterial biocerâmico, o MTA possui ação em procedimentos clínicos tanto reparadores quanto conservadores da polpa dental e canal radicular (ASGARY et al., 2005; SINHORETI; VITTI; CORRER-SOBRINHO, 2013). Por estimular o reparo e induzir deposição de tecido dentinário, cementário e ósseo, o MTA tem sido indicado no tratamento de perfurações radiculares (TORABINEJAD; WATSON; PITT FORD, 1993, BORTOLUZZI et al., 2009), como material retro-obturador (BORTOLUZZI, E. A. et al., 2006; TORABINEJAD, 2010), no selamento de comunicações existentes entre o sistema de canais radiculares e o periodonto (BORTOLUZZI et al., 2009.), e como tampão apical nos casos de rizogênese incompleta (MENEZES et al., 2004; RIBEIRO et al., 2006; BRAMANTE et al., 2013). Contudo, devido ao seu alto custo, têm-se buscado materiais alternativos que possam ser utilizados em experimentos laboratoriais e que tenham propriedades físicas e composição química semelhantes ao MTA.

O cimento Portland (CP) tem composição similar ao MTA, exceto quanto aos materiais radiopacificadores que estão presentes apenas no MTA (ISLAM; CHNG; YAP, 2006). Estudos comprovaram que nos 15 elementos químicos testados do MTA, 14 se revelaram idênticos aos do CP, em parte por milhão e peso (ESTRELA et al., 2000; FUNTEAS; WALLACE; FOCHTMAN, 2003). Ademais, estudos *in vitro* têm mostrado que o CP apresenta ação antimicrobiana e biocompatibilidade semelhantes ao MTA (ESTRELA et al., 2000; BERNABÉ et al., 2007). Em contrapartida, seu custo é bastante inferior.

Material amplamente utilizado na Engenharia Civil, o CP é composto por um pó fino com propriedades aglutinantes e ligantes. Esse material pertence à classe dos aglomerantes hidráulicos, que compreende substâncias que endurecem quando misturadas com água e que possuem resistência à mesma. Após presa, mesmo que seja submetido a ação da água, o CP conserva sua estrutura sem sofrer alterações significativas (BARBOSA et al., 2007).

Porém, tanto o MTA quanto o CP possuem inconvenientes relacionados à manipulação e aplicação clínica dos mesmos. Em procedimentos de obturação retrógrada, a contaminação do MTA com sangue antes do tempo de presa pode afetar as propriedades físicas do material, como a resistência ao deslocamento e à compressão (OLOOMI et al., 2009). Além disso, esses cimentos apresentam consistência arenosa após a manipulação, dificultando o seu manejo e assentamento no local a ser preenchido (KOGAN et al., 2006).

Para solucionar os problemas supracitados, aditivos têm sido incorporados a esses cimentos com o intuito de melhorar as propriedades físico-químicas dos mesmos. Dentre os aditivos existentes podemos citar os materiais carbonáticos, que quando adicionados aos cimentos e concretos tornam as argamassas mais trabalháveis, com melhora na densidade, permeabilidade, exsudação e capilaridade (NEVILLE, 1995). Já a adição de cloreto de cálcio ( $\text{CaCl}_2$ ) na concentração de 10% ao MTA reduz o tempo de presa desse cimento (BORTOLUZZI et al., 2009).

Nos últimos anos, materiais em escala nanométrica têm sido sugeridos para uso como aditivos, por proporcionarem resultados similares ou superiores aos seus equivalentes, macro e micrométricos, mesmo quando adicionados em proporções significativamente menores (BRÄU et al., 2012; LIU et al., 2012; CAMILETTI et al., 2013).

A nanotecnologia tem experimentado rápido crescimento com muitas aplicações e potencial para o desenvolvimento de materiais na Odontologia (HANNIG; HANNIG, 2012). O fundamento da nanotecnologia está na capacidade de se trabalhar com materiais em níveis atômicos e moleculares com a finalidade de aprimorar suas propriedades e aplicações

(FERREIRA; RANGEL, 2009). As nanopartículas (NPs) apresentam dimensões de no máximo 100 nanômetros de diâmetro (MOHAMED HAMOUDA, 2012). De modo geral, as principais propriedades dos materiais nanoparticulados são devidas à pequena dimensão de suas partículas, que determinam o comportamento dos átomos e elétrons (efeito quântico), e ocasionam o aumento da razão do número de átomos que estão na superfície das partículas com relação aos dispersos no volume das mesmas (efeito de superfície). Ou seja, a pequena dimensão da partícula confere ao material maior área de superfície, o que o faz altamente reagente, com fortes ligações com outras NPs ou outros materiais, bem como tendência à aglomeração (PAL et al., 2007).

Tem sido verificado efeitos positivos com a adição de NPs na microestrutura e propriedades de materiais cimentícios, pois promovem melhorias na trabalhabilidade, no preenchimento dos vazios entre os grãos de cimento (efeito *filler*) e na aceleração do processo de hidratação e de presa (LI et al., 2004). Como exemplo, estudos recentes têm usado a nanopartícula de carbonato de cálcio (NPCC) como aditivo do CP e observado aceleração da fase inicial de hidratação do cimento e melhora nas propriedades mecânicas do mesmo (SATO; BEAUDOIN, 2011; CAMILETTI et al., 2013; SUPIT; SHAIKH, 2014).

As NPCCs apresentam-se como pó branco, composto por partículas de tamanho entre 15 a 60 nm, e necessitam eficiente dispersão do material antes de sua utilização, a fim de evitar aglomeração das mesmas no produto final (LAGOS, 2013). O estudo de Bernardi et al. (2017) avaliou o tempo de presa, alteração dimensional, solubilidade, resistência à compressão e pH do MTA Ângelus, após a adição de NPCC nas concentrações de 5 e 10%. A mesma quantidade de água foi utilizada em todos os grupos. Os autores observaram significativa redução no tempo de presa do MTA com o uso do aditivo, porém a resistência à compressão diminuiu. De acordo com os autores, a redução da resistência compressiva pode ter ocorrido pela elevada concentração de nanopartícula adicionada, o que pode acarretar uma estrutura mais frágil, devido à substituição de parte do cimento por material inerte.

Cimentos classificados como aglomerantes hidráulicos tem suas propriedades físico-químicas influenciadas por diversos fatores tais como: quantidade de água utilizada na mistura; o processo de mistura propriamente dito; a pressão utilizada para a compactação; a umidade do ambiente e a temperatura (HUANG et al., 2015). Alguns desses fatores não são fáceis de controlar, dificultando uma padronização de métodos para determinar as propriedades do cimento. Um fator que pode ser controlado é a quantidade de água utilizada na mistura. Como a adição de NPCC ocasiona diminuição da água requerida no processo de hidratação do cimento

(LI et al., 2015) é importante que a proporção de água seja melhor estudada quando do uso de NPs nos materiais cimentícios.

Diante do exposto, observa-se que novos estudos são necessários para avaliar a adição de NPCC aos cimentos MTA e ao CP, principalmente com relação à proporção de água utilizada na mistura, a fim de obter um cimento com propriedades físico-químicas, mecânicas e biológicas adequadas.

## 2 OBJETIVOS

### 2.1 Objetivo Geral

O principal objetivo deste estudo foi avaliar a incorporação de nanopartículas de carbonato de cálcio (NPCC) ao cimento Portland variando a concentração de água utilizada na manipulação do material.

### 2.2 Objetivos Específicos

Verificar a influência do uso de diferentes concentrações de água no cimento Portland adicionado de NPCC quanto à (ao):

- a) Tempo de presa;
- b) Estabilidade dimensional;
- c) Solubilidade e desintegração;
- d) Resistência à compressão;
- e) Análise do pH.

### 3 MATERIAIS E MÉTODOS

Para a execução do experimento foi utilizado o cimento Portland branco (CP) (Arga Certa®, Itajaí, Brasil) não estrutural acrescido de uma pasta contendo 5% NPCC (Lagos Indústria Química, Minas Gerais, Brasil) obtida a partir da manipulação do pó de NPCC e dispersante propilenoglicol, e água destilada (AD), de acordo com o estabelecido na TABELA 1.

**TABELA 1.** Proporções de pó do CP, de NPCC e de água destilada utilizados na manipulação do cimento de acordo com cada um dos grupos experimentais (G1, G2, G3, G4, G5 e G6):

<b>GRUPOS</b>	<b>CIMENTOS</b>	<b>MANIPULAÇÃO</b>
<b>1</b>	Cimento Portland	Misturado com 0,33 mL de H <sub>2</sub> O
<b>2</b>	Cimento Portland + 5% NPCC-RV + 0,05 Propilenoglicol	Misturado com 0,28 mL de H <sub>2</sub> O
<b>3</b>	Cimento Portland	Misturado com 0,29 mL de H <sub>2</sub> O
<b>4</b>	Cimento Portland + 5% NPCC-RV + 0,05 Propilenoglicol	Misturado com 0,25 mL de H <sub>2</sub> O
<b>5</b>	Cimento Portland	Misturado com 0,26 mL de H <sub>2</sub> O
<b>6</b>	Cimento Portland + 5% NPCC-RV + 0,05 Propilenoglicol	Misturado com 0,21 mL de H <sub>2</sub> O

Após a preparação do cimento conforme a Tabela 1, as propriedades físico-químicas foram avaliadas conforme os testes descritos a seguir:

### **Tempo de presa**

Para este teste, matrizes de gesso foram confeccionadas com cavidades em forma de cilindro, com diâmetro interno de 10 mm e altura de 1 mm. Depois da confecção das matrizes, elas foram armazenadas a 37°C e umidade relativa de 95% por 24h. Após o preenchimento das cavidades com os cimentos manipulados de acordo com o determinado para cada grupo, uma agulha tipo Gillmore, de  $100 \pm 0,5$  g de ponta cilíndrica com  $2,0 \pm 0,1$  mm de diâmetro, foi incidida verticalmente na superfície horizontal do cimento, somente com a força do seu peso, marcando inicialmente uma endentação. Esta manobra foi repetida algumas vezes, em intervalos alternados e em diferentes áreas, até que a marcação não fosse mais visível. Foram realizadas aferições em 3 matrizes diferentes para cada grupo. O tempo de presa do cimento foi cronometrado desde o início da manipulação do cimento até o momento em que a marca da agulha não fosse mais visível.

### **Teste da alteração dimensional após presa**

Foram confeccionadas 12 amostras cilíndricas para cada grupo, 6 para o período de 24h e 6 para o período de 30 dias. Cada espécime foi confeccionado 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 de um papel transparência com as mesmas medidas de largura e comprimento da lâmina de vidro. Os moldes, então, foram preenchidos com os cimentos manipulados, de uma maneira que um pequeno excesso de material ficasse sobre a superfície dos moldes. Em seguida, uma lâmina de microscópio envolta em outra lâmina de papel transparência foi posicionada sobre a superfície superior do molde. Esse conjunto formado pela lâmina de microscópio, lâmina de papel transparência e, no meio, o molde contendo o material, foi mantido unido firmemente por um grampo de metal em forma de C. Passados 5 min do início da mistura, o conjunto foi transportado para uma estufa a  $37 \pm 1$  °C, com umidade relativa de 95% por 24 h. Realizada esta etapa, a superfície dos cimentos foi regularizada com lixa d'água 600 (3M, São Paulo, SP, Brasil) sob irrigação com AD de modo que não houvesse mais excessos no molde. Em seguida, os espécimes de cada grupo foram removidos delicadamente de seus moldes e os seus comprimentos foram medidos com um paquímetro mecânico (Mitutoyo, modelo 7360, RS, Brasil)

Depois as amostras foram inseridas em recipientes individuais contendo 20 mL de AD, identificadas pelo grupo e número da amostra e mantidas em estufa a  $37 \pm 1$  °C, por 24 h e 30 dias. Após esse tempo, os espécimes foram removidos dos recipientes, o excesso de água foi retirado com auxílio de papel absorvente e uma nova medição dos comprimentos foi realizada.

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

$[(C \text{ FINAL} - C) / C] \times 100$ , onde C FINAL = comprimento das amostras decorridos os períodos experimentais de 24h e 30 dias e C = comprimento inicial da amostra após presa.

### **Ensaio mecânico de resistência à compressão**

Para cada grupo foram confeccionados 12 espécimes, 6 para o período de 24 h e 6 para o período de 30 dias. A confecção e dimensões das amostras foram idênticas ao realizado no teste anterior. Passado 24 h e 30 dias, os espécimes foram retirados dos moldes de teflon. Em seguida, com papel absorvente o excesso de água foi removido e a resistência à compressão (RC) foi medida por uma Máquina de Testes Universal (Instron, Model 4444, Instron Corp., Canton, MA, EUA), com velocidade de 1 mm/min. A carga máxima necessária para a fratura de cada espécime foi obtida e anotada. A RC foi calculada em megapascal (MPa) de acordo com a seguinte fórmula:  $C = 4P / \pi D^2$ , onde “P” representa a carga máxima registrada pela máquina em Newtons (N), “D” o diâmetro da amostra em milímetros (mm) e “C” a carga máxima em Mpa.

### **Teste de solubilidade**

Seguindo metodologia descrita por Carvalho-Júnior et al. (2007) foram utilizados 3 anéis de teflon para cada grupo medindo 1,5 mm de espessura e 7,75 mm de diâmetro interno. Nesses anéis, foi realizada uma perfuração com broca esférica carbide nº 2 para passagem de um fio de nylon, que em seguida foi usado para a sua suspensão. Após a manipulação dos cimentos de acordo com cada grupo, os anéis foram preenchidos e transferidos à estufa a 37 °C e umidade relativa de 95% por 24 h. Após a remoção do excesso de cimento com uma lixa d'água 600 (3M, Brasil) os anéis foram pesados em uma balança de precisão (Mettler modelo PE 160, SP, Brasil.). Esses anéis, então, foram transferidos novamente para um dessecador com



sílica por 24h e outra vez os anéis foram pesados. Após esse passo, cada anel foi suspenso pelo fio de nylon preso a tampa do recipiente plástico, onde foram colocados individualizados contendo 30 mL de AD e reconduzidos à estufa a 37 °C. Decorrido os 30 dias, os anéis foram retirados dos recipientes plásticos e depois de ser removido os excessos de água foram novamente pesados. Em seguida, os anéis foram inseridos mais uma vez ao dessecador por 24h, para depois desse tempo serem pesados uma última vez. A solubilidade dos cimentos corresponde à perda de peso de cada amostra, expressa como percentual do peso perdido em comparação ao peso original.

### **Análise do pH**

Para o teste de pH, foi utilizado a água na qual as amostras ficaram imersas no teste de alteração dimensional e foi analisado no período de 24 h e 30 dias. As medições foram realizadas por meio de um de pHmetro (Micronal, PH- 1700, São Paulo, Brasil) calibrado de acordo com soluções tampão (pH 7,0 e 4,0) e temperatura de  $25 \pm 2$  °C, mantida constante por ar condicionado.

### **Análise Estatística**

A análise estatística foi realizada pelos testes de ANOVA e de comparações múltiplas de Tukey com nível de confiabilidade de 95%. A normalidade e a dos dados foi verificada pelo teste de Kolmogorov-Smirnov ( $p > 0,05$ ).

## 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 nas Figuras 1,2 e 3.

Com relação ao tempo de presa, os resultados mostraram que a adição de NPCC ao cimento Portland promoveu diminuição significativa do tempo de presa do cimento (ANOVA e Tukey,  $p < 0,0001$ ). A diminuição da quantidade de água utilizada na manipulação do cimento puro também afetou o tempo de presa (TABELA 2, FIGURA 1,  $p < 0,05$ ).

Os valores médios de RC após 24h das amostras manipuladas com CP puro e água nas quantidades de 0,330 mL (G1) ou 0,290 mL (G3) foram estatisticamente superiores (TABELA 2, ANOVA 2-vias,  $p < 0,0001$ ) aos grupos acrescidos de 5% NPCC (G2, G4 e G6). Já o grupo G5, (CP acrescido de 0,260 mL de água) mostrou-se similar a estes grupos ( $p > 0,05$ ). Após 30 dias, de modo geral, observou-se redução dos valores médios de RC nos grupos avaliados, independentemente da quantidade de água utilizada, com diferenças significativas (FIGURA 2,  $p < 0,0001$ ) na RC obtida após 24h ou 30d nos grupos onde o CP foi utilizado sem aditivo (G1, G3 e G5).

A análise dos dados resultantes do teste de Alteração Dimensional (TABELA 2) mostrou que, independentemente do cimento testado (com ou sem 5% de NPCC), ou da quantidade de água utilizada na manipulação (0,330mL; 0,290mL ou 0,260mL), não houve diferença estatística significativa entre os grupos (ANOVA, 2-vias,  $p > 0,05$ ). A alteração dimensional não deve exceder em 1,0% de contração ou 0,1% em expansão dentro do padrão recomendado pela ISO (International Organization for Standardization) (ISO, 2012). Todas as médias dos percentuais de alteração dimensional em cada grupo analisado no quesito contração ficaram dentro desse padrão, porém nos grupos G1 (após 30 dias), G4 (após 30 dias) e G5 (após 24 horas e 30 dias) apresentaram resultados superiores a 0,1%. Sendo assim, no quesito expansão o cimento não obedeceu às normas.

Na avaliação do pH, as leituras mostraram que no período de 24 h não houve diferença estatística significativa entre os grupos (TABELA 2,  $p > 0,05$ ). Porém, após 30 dias foi observada redução significativa no pH (FIGURA 3,  $p < 0,05$ ) do grupo que utilizou aditivo e a menor quantidade de água na manipulação do cimento (G6).

**TABELA 2.** Média ( $\bar{X}$ ) e desvios padrão (DP) dos valores do tempo de presa (em min), resistência à compressão (RC) em Mega Pascal , alteração dimensional (ALT) em percentual médio (%), e pH observados nos diferentes grupos. Valores negativos indicam diminuição da dimensão do corpo-de-prova (ALT). \*

GRUPOS	G1	G2	G3	G4	G5	G6
	CP + 0,33 mL H <sub>2</sub> O	CP + 0,28 mL H <sub>2</sub> O + 5% NPCC-RV	CP + 0,29 mL H <sub>2</sub> O	CP + 0,24 mL H <sub>2</sub> O + 5% NPCC-RV	CP + 0,26 mL H <sub>2</sub> O	CP + 0,21 mL H <sub>2</sub> O + 5% NPCC-RV
	$\bar{X} \pm DP$	$\bar{X} \pm DP$	$\bar{X} \pm DP$	$\bar{X} \pm DP$	$\bar{X} \pm DP$	$\bar{X} \pm DP$
<b>Tempo de presa</b> Minutos	19,57 ± 2,16 <sup>A</sup>	6,26 ± 0,07 <sup>D</sup>	16,09 ± 0,14 <sup>B</sup>	12,58 ± 0,30 <sup>C</sup>	14,36 ± 0,57 <sup>B, C</sup>	6,00 ± 0,13 <sup>D</sup>
<b>RC</b>						
24h	38,50 ± 6,67 <sup>A, a</sup>	22,89 ± 8,69 <sup>B, a</sup>	36,28 ± 8,49 <sup>A, a</sup>	23,37 ± 5,13 <sup>B, a</sup>	32,44 ± 1,66 <sup>A, B, a</sup>	22,61 ± 4,64 <sup>B, a</sup>
30 dias	12,57 ± 6,75 <sup>A, b</sup>	14,30 ± 6,92 <sup>A, a</sup>	12,70 ± 8,12 <sup>A, b</sup>	15,41 ± 5,88 <sup>A, a</sup>	11,27 ± 3,84 <sup>A, b</sup>	15,41 ± 5,37 <sup>A, a</sup>
<b>Alteração dimensional</b>						
24h	-0,29 ± 1,18 <sup>A, a</sup>	-0,08 ± 0,75 <sup>A, a</sup>	0,08 ± 1,03 <sup>A, a</sup>	0,04 ± 1,27 <sup>A, a</sup>	0,61 ± 1,24 <sup>A, a</sup>	-0,18 ± 0,49 <sup>A, a</sup>
30 dias	0,36 ± 2,16 <sup>A, a</sup>	-0,74 ± 1,20 <sup>A, a</sup>	-0,07 ± 0,92 <sup>A, a</sup>	0,35 ± 0,94 <sup>A, a</sup>	0,83 ± 1,04 <sup>A, a</sup>	-0,58 ± 1,78 <sup>A, a</sup>
<b>pH</b>						
24h	10,48 ± 0,55 <sup>A, a</sup>	10,36 ± 0,93 <sup>A, a</sup>	10,18 ± 0,766 <sup>A, a</sup>	10,86 ± 0,04 <sup>A, a</sup>	10,20 ± 0,88 <sup>A, a</sup>	10,65 ± 0,34 <sup>A, a</sup>
30 dias	9,03 ± 1,24 <sup>A, a</sup>	8,86 ± 1,20 <sup>A, a</sup>	9,50 ± 1,084 <sup>A, a</sup>	9,75 ± 1,43 <sup>A, a</sup>	8,56 ± 1,14 <sup>A, a</sup>	8,16 ± 0,55 <sup>A, b</sup>

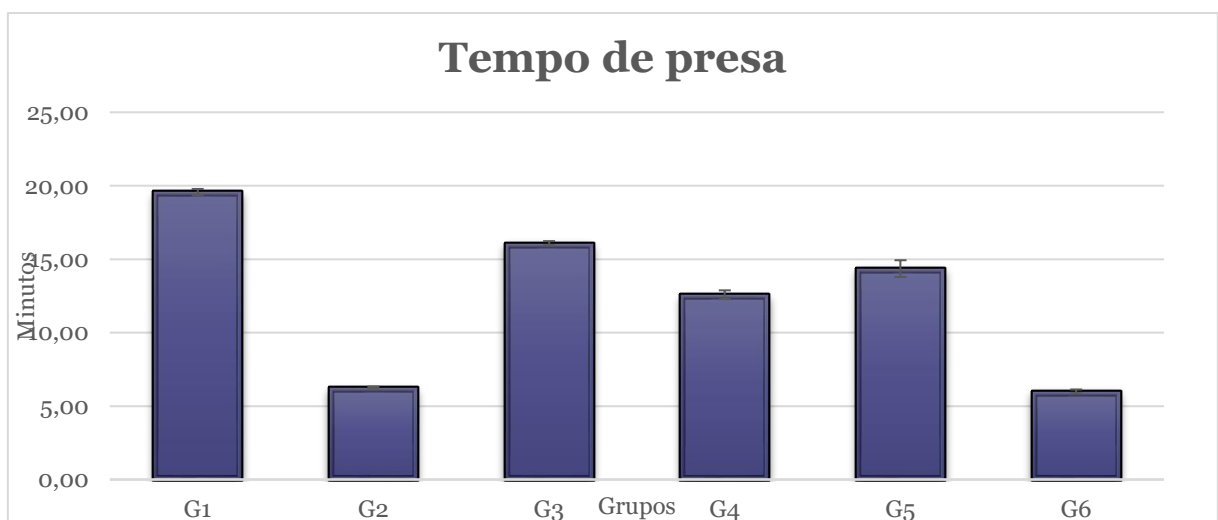
\* Letras maiúsculas sobre escritas representam diferença estatística significativa entre os grupos e letras minúsculas entre os períodos dentro de cada grupo (Testes de Anova e Tukey,  $\alpha = 0,05$ )

Os resultados do teste de Solubilidade estão expostos na TABELA 3. Não foram observadas diferenças significativas na ocorrência de solubilidade entre os grupos após 30 dias, tanto na pesagem dos espécimes hidratados quanto desidratados (TABELA 3, ANOVA 2-vias,  $p > 0,5$ ).

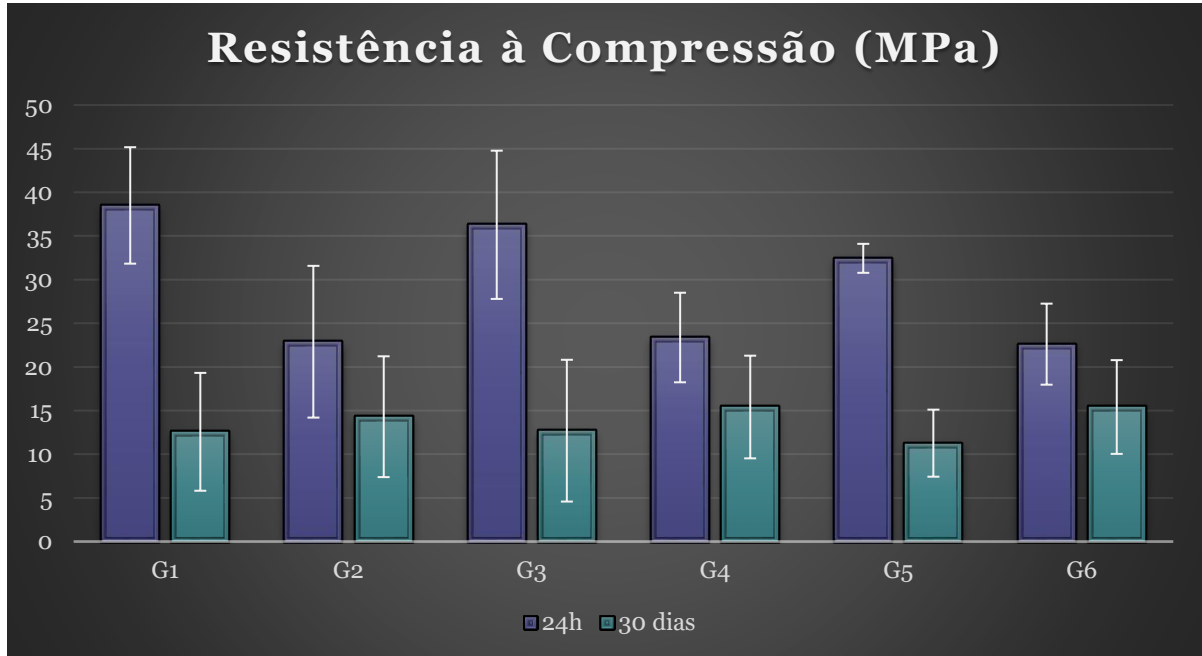
**TABELA 3.** Percentual médio ( $\bar{X}$ ) e desvios padrão (DP) dos valores de solubilidade, para cada grupo em 30 dias, em meio hidratado e desidratado. Valores negativos representam perda de peso (ANOVA,  $\alpha = 0,05$ ).

Grupo	G1	G2	G3	G4	G5	G6
	DP	DP	DP	DP	DP	DP
<b>Solubili- Dade</b>						
Hidratado	$0,90 \pm 0,43$	$-0,35 \pm 0,14$	$0,65 \pm 3,14$	$-0,15 \pm 0,13$	$1,90 \pm 0,20$	$0,11 \pm 0,01$
Desidratado	$-0,42 \pm 0,11$	$-0,28 \pm 0,08$	$0,51 \pm 1,36$	$-0,36 \pm 0,18$	$-0,63 \pm 0,30$	$0,50 \pm 0,04$

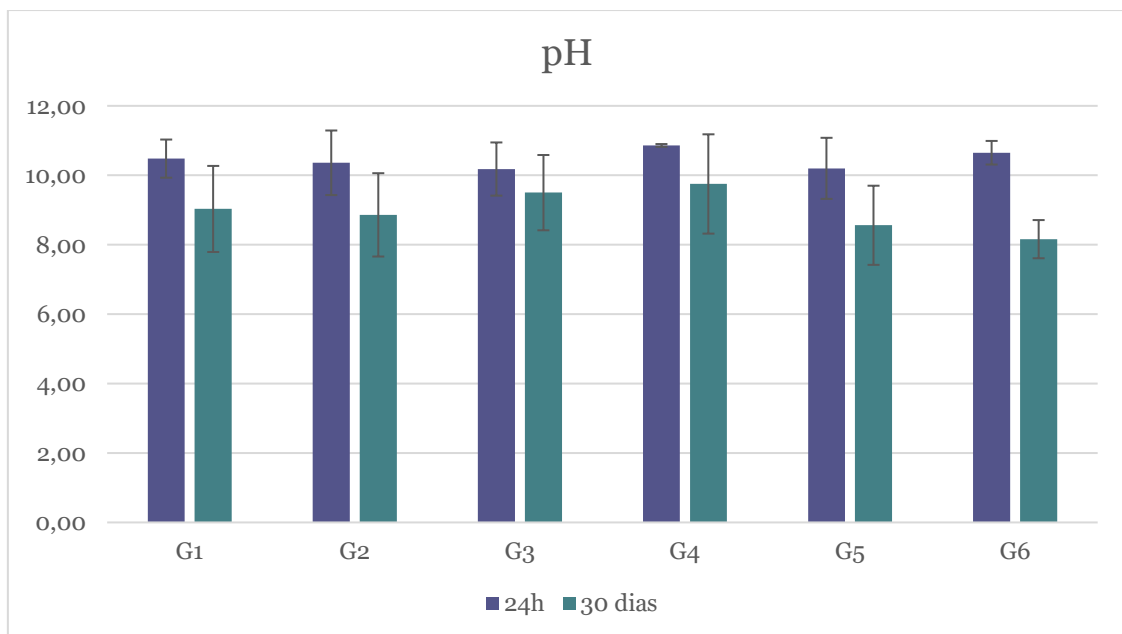
**FIGURA 1.** Tempo de presa dos grupos em minutos.



**FIGURA 2.** Resistência à Compressão expressa em Mega Pascal. Comparação dos grupos em 24 horas e 30 dias.



**FIGURA 3.** Valores de pH dos grupos comparando os resultados de 24 horas e 30 dias.



## 5 DISCUSSÃO

Neste estudo a pesquisa foi realizada com o Cimento Portland Branco por este apresentar mecanismo de ação e composição semelhantes ao MTA, aliados ao menor custo (ESTRELA et al., 2000; SAIDON et al., 2000; BERNABÉ et al., 2007). O uso de aditivos nos cimentos MTA e Portland têm sido propostos por diversos estudos a fim de aprimorar as propriedades físico-químicas dos mesmos. No presente experimento, a nanopartícula de carbonato de cálcio (NPCC) foi adicionada ao cimento Portland branco variando a proporção da água na manipulação do cimento. Camiletti et al. (2013) e Kakali et al. (2000) relataram benefícios na incorporação do  $\text{CaCO}_3$  nanoparticulado ao CP na construção civil, como a melhora no seu processo de hidratação e a redução do tempo de presa do cimento.

Nas obras de engenharia, a água é claramente um dos ingredientes primordiais do concreto e é essencial para o alcance das propriedades físicas e químicas do mesmo. No entanto, idealmente, o concreto deveria conter água apenas na proporção suficiente para o alcance da resistência máxima do composto, ao mesmo tempo em que promovesse as propriedades reológicas necessárias ao seu uso (AITCIN, P.C., 2000).

A presença de água em compostos com composição semelhante ao CP também tem se mostrado fundamental. Sabe-se que a presença de água é importante para a liberação de hidróxido de cálcio de materiais biocompatíveis, como o MTA. O hidróxido de cálcio é considerado o vetor das propriedades benéficas desse cimento quando em contato com tecidos dentais e periapicais. Portanto, como a liberação de hidróxido de cálcio é vantajosa, uma maior proporção pó/água pode ser benéfica. Porém, a quantidade de água adicionada na manipulação do cimento é limitada pela perda de consistência da mistura na presença excessiva de líquido.

Neste trabalho, a NPCC utilizada foi constituída por um pó branco, com partículas de formato cúbico e dimensões variando entre 15 a 60 nm (BERNARDI et al. 2017). O pó de NPCC é revestido com ácido esteárico, o que faz com que a nanopartícula se torne hidrofóbica e com propriedades lubrificantes. Essas características trazem vantagem ao seu uso possibilitando grande facilidade de incorporação à mistura e baixo preço. Durante a manipulação com o CP e água, o ácido esteárico reage com o hidróxido de cálcio presente e libera a NPCC. Em função da característica hidrofóbica do revestimento da nanopartícula quando em pó, o propilenoglicol foi utilizado como dispersante a fim de evitar a aglomeração do aditivo durante a mistura. Duarte et al. (2012) e Natu et al. (2015), em estudos que avaliaram as propriedades químico-físicas do MTA associadas ao propilenoglicol (PG), concluíram que a

adição do PG ao MTA promove a liberação de íons cálcio e melhora sua fluidez. Segundo esses autores, uma maior fluidez melhora as características manipulativas do cimento. No presente estudo, a adição de NPCC ao CP, independente da proporção de água utilizada, contribuiu para melhorar as características manipulativas do CP, propiciando maior trabalhabilidade do material. Estes resultados corroboram com os achados dos estudos de Camiletti et al. (2013) e Bernardi et al. (2017). No entanto Natu et al. (2015) verificaram que a adição de PG ao cimento MTA resultou num comprometimento da dureza do cimento. Como no presente estudo a quantidade de PG foi sempre pequena e igual em todos os grupos com NPCC, outros estudos são necessários a fim de avaliar a influência desse composto nas propriedades dos cimentos quando do uso de aditivos dispersos por PG.

A reação de presa do cimento tem como fundamento as reações dos compostos anidros do cimento com a água (BORGES et al. 2010). As partículas do cimento reagem entre si formando compostos hidratados (CAMILLERI et al., 2007). Na hidratação é produzido silicato de cálcio hidratado e hidróxido de cálcio (HOLLAND et al., 2001; FRIDLAND; ROSADO, 2003). Analisando os testes de tempo de presa, a adição de NPCC ao CP promoveu aceleração significativa do tempo, assim como nos estudos de Camiletti et al (2013), Sato; Beaudoin (2011) e de Bernardi et al. (2017). Segundos esses estudos, a adição de NPCC ao CP proporciona aumento de pontos de contatos dentro do material e estimula o crescimento de silicato de cálcio hidratado em volta da nanopartícula, o que, por consequência, acelera o tempo de presa do cimento.

A diminuição da quantidade de água utilizada na manipulação do cimento puro também afetou o tempo de presa. No grupo com a menor quantidade de água (G6) utilizada na manipulação do cimento e 5% de NPCC, houve a ocorrência do menor tempo de presa entre os outros grupos. No estudo de Cavenago et al. (2014) a influência da concentração de água foi testada e concluiu-se que a proporção de pó/água interferiu significativamente nas propriedades físicas e químicas do MTA branco. Com uma proporção pó/líquido de 2:1, o tempo de presa foi mais longo e o pH e liberação de cálcio foram maiores. Em outro estudo, Bernardi et al. (2017) relataram que a adição de NPCC proporcionou efeito acelerador no processo de hidratação, favoreceu uma interação mais efetiva entre cimento/água e aumentou os pontos de contato pela maior quantidade de cimento hidratado.

Ao analisar os resultados do teste de compressão nos grupos com cimento puro (G1, G3, G5), observa-se que os valores de RC diminuíram. A literatura tem mostrado (AITCIN, P.C., 2000) que, quando somente cimento e água são usados, maior quantidade de água é necessária

para hidratar por completo todas as partículas do cimento. Essa água adicional, a qual nunca será ligada a qualquer partícula de cimento, resulta na redução das propriedades mecânicas do concreto e diminui sua durabilidade. No presente estudo, nos grupos onde a nanopartícula de NPCC foi adicionada ao cimento (G2, G4, G6), também ocorreu uma diminuição dos valores de resistência.

Castellano et al. (2016) concluíram que, em longo prazo, a RC do CP diminui com o aumento da temperatura devido ao aumento da porosidade. Nesse estudo, a RC foi testada com temperaturas de 20, 40 e 60°C. Num primeiro momento, o cimento exposto a maiores temperaturas apresentavam maior resistência a compressão. Porém, após 30 dias, a resistência diminuiu nos grupos submetidos a maior temperatura. Portanto, da mesma forma com o que ocorreu no presente estudo, a manutenção das amostras em ambiente úmido a 37 °C pode ter influenciado na RC do cimento.

Outro teste avaliado foi o da Alteração dimensional. Os dados do teste mostraram que não houve diferença estatística significativa entre os grupos, independentemente da adição, ou não, de NPCC e das diferentes concentrações de água. Porém, em alguns grupos os percentuais de alteração dimensional no quesito expansão ficaram acima do padrão recomendado pela ISO (2012), principalmente no Grupo 5, onde foi adicionada menor quantidade de água ao CP. O cimento Portland ao ser hidratado libera hidróxido de cálcio –  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ , que é muito sensível a ataques químicos, pois é dissolvido pela água e é arrastado através de poros. Este processo de dissolução aumenta a porosidade da pasta endurecida e com ela sua permeabilidade o que pode aumentar a absorção de água pelo cimento e ocasionar sua expansão.

Com relação a avaliação do pH, há diversos estudos que apresentam diferentes tipos de área de contato de materiais e líquido nos testes de pH *in vitro*, como o uso de meios aquosos, onde podem ser imersos em tubos de polietileno, dentes artificiais ou anéis de Teflon (Bortoluzzi et al., 2008; Santos et al., 2005; Duarte et al., 2012). Portanto, é possível encontrar divergências. No presente estudo, a medição do pH foi realizada na água onde as amostras ficaram imersas durante o teste de alteração dimensional. Desta forma, não houve interferência de qualquer material entre a água e o medidor de pH. As leituras mostraram que no período de 24 h não houve diferença entre os grupos bem como no estudo de Bernardi et al. (2017), que também utilizou uma metodologia para análise do pH sem interferência entre material, água e medidor. Porém, no presente estudo, após 30 dias foi observada redução significativa no pH do grupo que utilizou aditivo e a menor quantidade de água na manipulação do cimento (G6), diferentemente de Bernardi et al (2017), onde após 30 dias os autores observaram aumento do



pH das amostras nos grupos com 5% ou 10% de NPCC. É sugerido novos teste de pH, RC, ALT em fluído corporal sintético para uma melhor análise desses testes.

O grau de solubilidade e a porosidade estão relacionados com a proporção pó/líquido empregada (FRIDLAND; ROSADO, 2003). O tempo de presa prolongado pode favorecer a solubilidade (KOGAN et al., 2006; BORTOLUZZI et al., 2009). Porém na análise dos resultados do teste de Solubilidade foi observado que não houveram diferenças significativas na ocorrência de solubilidade entre os grupos após 30 dias, tanto na pesagem dos espécimes hidratados quanto desidratados. Bernardi et al. (2017) supôs com seu estudo, o qual também utilizou 5% de adição de nanopartícula, que essa quantidade de NPCC possa ter gerado espaços vazios, pela aglomeração das NPs, e conseqüentemente maior absorção de água e perda posterior. Entretanto, de forma similar ao estudo supracitado, os resultados de solubilidade do presente estudo ficaram dentro dos padrões estabelecidos pela ADA (2012). O estudo de Torabinejad; Chivian (1999) com o MTA também resultou diferenças mínimas no teste de Solubilidade.

Com a análise dos resultados obtidos neste estudo, observa-se a necessidade da realização de novas avaliações do CP adicionado de NPCC, variando o dispersante e as temperaturas utilizadas durante e após a manipulação do material, com o intuito de analisar as propriedades físico-químicas do mesmo.

## 6 CONCLUSÃO

A adição de NPCC ao cimento Portland acelerou o tempo de presa. Após 30 dias houve diminuição da RC em todos os grupos e redução do pH no grupo com nanopartícula e menor quantidade de água. Os testes de Alteração dimensional e Solubilidade não mostraram diferenças significativas entre as amostras avaliadas.

## 7 REFERÊNCIAS

AITCIN, P.C.- **Concreto de Alto Desempenho - Pierre Claude Aitcin**; tradução de Geraldo G. Serra, - 1 ed. São Paulo, p.93-145, 2000.

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.

ASGARY, S. et al. Chemical differences between white and gray mineral trioxide aggregate. **Journal of Endodontics**, v.31, n.1, p.101-103, 2005.

BARBOSA, A. V. H. et al. Propriedades do cimento portland e sua utilização na odontologia: revisão de literatura. **Pesquisa Brasileira em Odontopediatria e Clínica Integrada**, v.7, n.1, p.89-94, 2007.

BERNABÉ, P. et al. Histological evaluation of MTA as a root-end filling material. **International Endodontic Journal**, v.40, n.10, p.758-765, 2007.

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.

BHADURI, S.B.; BHADURI, S. Biomaterials for dental applications. **Narayan R. Biomedical, Materials**. 1st ed.. New York, Springer, p.295-326, 2009.

BORGES, A. H. et al. Comparative study of physico-chemical properties of MTA-based and Portland cements. **Acta Odontológica Latinoamericana**, v.23, n.3, p.175-81, 2010.

BORTOLUZZI, E. A. et al. Mineral trioxide aggregate with or without calcium chloride in pulpotomy. **Journal of Endodontics**, v.34, n.2, p.172-5, 2008.

BORTOLUZZI, E. A. et al. Sealing ability of MTA and radiopaque Portland cement with or without calcium chloride for root-end filling. **Journal of Endodontics**, v.32, n.9, p.897-900, 2006.

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.

BRAMANTE, C. M. et al. Biocompatibility and setting time of CPM-MTA and white Portland cement clinker with or without calcium sulfate. **Journal Applied Oral Science**, v.21, n.1, p.32-36, 2013.

BRÄU, M. et al. Nanostructured calcium silicate hydrate seeds accelerate concrete hardening: a combined assessment of benefits and risks. **Archives of Toxicology**, v.86, n.7, p.1077-87, 2012.

CAMILETTI, J. et al. 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. The physical properties of accelerated Portland cement for endodontic use. **International Endodontic Journal**, v.41, n.2, p.151-7, 2008.

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.1110-6, 2007.

CASTELLANO, C.C. et al. The effect of w/b and temperature on the hydration and strength of blast furnace slag cements. **Construction and Building Materials**, v.111, n.1, p.679-688, 2016.

CAVENAGO, B. C. et al. Influence of powder-to-water ratio on radiopacity, setting time, pH, calcium ion release and a micro-CT volumetric solubility of white mineral trioxide aggregate. **International Endodontic Journal**, v.47, n.2, p.120-126, 2013.

DUARTE, MA et al. Evaluation of the propylene glycol association on some physical and chemical properties of mineral trioxide aggregate. **International Endodontic Journal**, v.45, n.6, p.565-570, 2012

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.

FERREIRA, H. S.; RANGEL, M. C. Nanotecnologia: aspectos gerais e potencial de aplicação em catálise. **Química Nova**, v.32, n.7, p. 1860-70, 2009.

FRIDLAND, M.; ROSADO, R. MTA Solubility: a long term study. **Journal of Endodontics**, v.31, n.5, p.376-9, 2005

FUNTEAS, U. R.; et al. A comparative analysis of Mineral Trioxide Aggregate and Portland cement. **Australian Endodontic Journal** v.29, n.1, p.43-4, 2003.

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

HANNIG, M.; HANNIG, C.; Nanotechnology and Its Role in Caries Therapy. **Advances In Dental Research**, v.24, n.2, p.53-57, 2012.

HOLLAND, R. et al. Healing process of dog dental pulp after pulpotomy and pulp covering with mineral trioxide aggregate or Portland cement. **Brazilian Dental Journal**, v.2, n.12, p.109-13, 2001

HUANG, Z. et al. Proportioning and characterization of Portland cement-based ultra-lightweight foam concretes. **Construction and Building Materials**, v.79, n.1, p.390–396, 2015

ISLAM, I.; CHNG, H.K.; YAP, A.U. X-ray diffraction analysis of mineral trioxide aggregate and Portland cement. **International Endodontic Journal**, v.39, n.3, p.220-225, 2006.

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

KAKALI, G. et al. Hydration Products of C3A, C3S and Portland Cement in the Presence of CaCO<sub>3</sub>. **Cement and Concrete Research**, v.30, n.7, p. 1073-7, 2000.

KOGAN, P. et al. The Effects of Various Additives on Setting Properties of MTA. **Journal of Endodontics**, v.32, n.6, p.569-572, 2006.

LEE, B. et al. Effects of Mineral Trioxide Aggregate Mixed with Hydration Accelerators on Osteoblastic Differentiation. **Journal of Endodontics**, v.40, n.12, p.2019-2023, 2014.

LAGOS IND. QUÍMICA LTDA. **Boletim Técnico do Nano-aditivo 602**. São Paulo (SP), 2013.

LI, H.; et al. Microstructure of cement mortar with nano-particles. **Composites Part B Engineering Journal**. v.35, n.2, p.185-9, 2004.

LI, W. et al. Effects of nano-silica and nano-limestone on flowability and mechanical properties of ultra-high-performance concrete matrix. **Construction and Building Materials**, v.95, n.1, p.366-374, 2015.

MENEZES, R. et al. Histologic evaluation of pulpotomies in dog using two types of mineral trioxide aggregate and regular and White Portland cements as wound dressings. **Oral Surgery, Oral Medicine, Oral Pathology and Oral Radiology**, v. 98, n.3, p.376-9, 2004.

NATU, V. P. et al. Bioactivity, physical and chemical properties of MTA mixed with propylene glycol. **Journal of Applied Oral Science**, v. 23, n.4, p.405-411, 2015.

NEVILLE, A. M. **Properties of Concrete**. 4. ed. Harlow (UK): Prentice Hall, 1995.

OLOOMI, K. et al. Evaluation of the effect of blood contamination on the compressive strength of MTA modified with hydration accelerators. **Restorative Dentistry & Endodontics**, v. 38, n.3, p.128-133, 2013.

PAL, S.; TAK, Y. K.; SONG, J. M. Does the antibacterial activity of silver nanoparticles depend on the shape of the nanoparticle? A study of the gram-negative bacterium *Escherichia coli*. **Appl. Environmental Microbiology Reports**, v. 73, n.6, p.1712-1720, 2007.

RIBEIRO, D. A. et al. Ex vivo biocompatibility tests of regular and white forms of mineral trioxide aggregate. **International Endodontic Journal**, v. 39, n.1, p.26-30, 2006

SAIDON, J. et al. Cell and tissue reactions to mineral trioxide aggregate and portland cement. **Oral Surgery, Oral Medicine, Oral Pathology, Oral Radiology, And Endodontology**, v. 95, n.4, p.483-489, 2003.

SANTOS, A. D. et al. Physicochemical properties of MTA and a novel experimental cement. **International Endodontic Journal**, v. 38, n.7, p.443-7, 2005.

SATO, T.; BEAUDOIN, J.J. Effect of nano-CaCO<sub>3</sub> on hydration of cement containing supplementary cementitious material. **Advance in Cement Research**, v. 23, n.1, p.33-43, 2015.

SINHORETI, M. A. C.; VITTI, R. P.; CORRER-SOBRINHO, L. Biomaterials in Dentistry: current view and future perspectives. **Revista da Associação Paulista de Cirurgiões Dentistas**, v. 67, n.1, p.178-186, 2013.

SUPIT, S. E. M.; SHAIKH, F.U.A. Effect of Nano-CaCO<sub>3</sub> on compressive strength development of high. **Journal of Advanced Concrete Technology**, v. 12, n.6, p.178-86, 2014.

THOMSON, T et al. Cementoblasts Maintain Expression of Osteocalcin in the Presence of Mineral Trioxide Aggregate. **Journal of Endodontics**, v. 29, n.6, p.407-412, 2003.

TORABINEJAD, M.; CHIVIAN, M. Clinical applications of mineral trioxide aggregate **Journal of Endodontics**, v. 25, n.3, p.197-205, 1999.

TORABINEJAD, M. et al. Histologic assessment of Mineral Trioxide Aggregate as a root-end filling in monkeys. **International Endodontic Journal**, v. 42, n.5, p.408-411, 2009.

TORABINEJAD, M. et al. Physical and chemical properties of a new root-end filling material. **Journal of Endodontics**, v. 21, n.7, p.349-353, 1995.

TORABINEJAD, M.; WATSON, T. F.; PITT FORD, T. R. Sealing ability of an MTA when used as a root end filling material. **Journal of Endodontics**, v. 19, n.1 p.591-595, 1993.