



**ANÁLISE COMPARATIVA ENTRE CIMENTOS PORTLAND UTILIZADOS NA  
CONSTRUÇÃO CIVIL E CIMENTOS ODONTOLÓGICOS À BASE DE CLÍNQUER**

**ANTONIO CAIO ANDRADE DAMASCENO CAVALCANTE**

**DISSERTAÇÃO DE MESTRADO DO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM  
ESTRUTURAS E CONSTRUÇÃO CIVIL  
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA CIVIL E AMBIENTAL**

**FACULDADE DE TECNOLOGIA  
UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA**

UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA  
FACULDADE DE TECNOLOGIA  
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA CIVIL E AMBIENTAL

ANÁLISE COMPARATIVA ENTRE CIMENTOS PORTLAND UTILIZADOS NA  
CONSTRUÇÃO CIVIL E CIMENTOS ODONTOLÓGICOS À BASE DE CLÍNQUER

ANTONIO CAIO ANDRADE DAMASCENO CAVALCANTE

ORIENTADOR: DR. JOÃO HENRIQUE DA SILVA RÊGO

COORIENTADOR: DR. JACY RIBEIRO DE CARVALHO JUNIOR

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO EM ESTRUTURAS E CONSTRUÇÃO CIVIL

BRASÍLIA/DF – JULHO/2023

ANTONIO CAIO ANDRADE DAMASCENO CAVALCANTE

ANÁLISE COMPARATIVA ENTRE CIMENTOS PORTLAND UTILIZADOS NA  
CONSTRUÇÃO CIVIL E CIMENTOS ODONTOLÓGICOS À BASE DE CLÍNQUER

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO  
SUBMETIDO AO DEPARTAMENTO DE  
ENGENHARIA CIVIL E AMBIENTAL DA  
FACULDADE DE TECNOLOGIA DA  
UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA COMO  
PARTE DOS REQUISITOS NECESSÁRIOS  
PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE  
MESTRE EM ESTRUTURAS E  
CONSTRUÇÃO CIVIL DO PROGRAMA DE  
PÓS-GRADUAÇÃO EM ESTRUTURAS E  
CONSTRUÇÃO CIVIL.

APROVADO POR:

---

Prof. João Henrique da Silva Rêgo, Dr. (ENC-UnB)  
(Orientador)

---

Prof<sup>a</sup>. Taia Maria Berto Rezende, Dr<sup>a</sup>. (ODT-UnB)  
(Examinadora Interna)

---

Prof. Daniel da Silva Andrade, Dr. (UEG)  
(Examinador Externo)

Brasília/DF

## FICHA CATALOGRÁFICA

CAVALCANTE, ANTONIO CAIO

Análise comparativa entre cimentos Portland utilizados na construção civil e cimentos odontológicos à base de clínquer / Antonio Caio Andrade Damasceno Cavalcante; orientador João Henrique da Silva Rêgo; co-orientador Jacy Ribeiro de Carvalho Junior. -- Brasília, 2023. 146 p.

ENC/FT/UnB, Mestre, Estruturas e Construção Civil, 2023. Dissertação de Mestrado – Universidade de Brasília. Faculdade de Tecnologia. Departamento de Engenharia Civil e Ambiental.

1. Cimentos à base de clínquer

2. Construção civil

3. Odontologia

4. Análise comparativa

I. Rêgo, João Henrique, orient.

II. Junior, Jacy Ribeiro, coorient.

III. Título (Mestre)

## REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA

CAVALCANTE, A. C. D. C. (2023). Análise comparativa entre cimentos Portland utilizados na construção civil e cimentos odontológicos à base de clínquer. Dissertação de Mestrado, Programa de Pós-graduação em Estruturas e Construção Civil, Universidade de Brasília, Brasília, DF, 146p.

## CESSÃO DE DIREITOS

AUTOR: Antônio Caio Andrade Damasceno Cavalcante.

TÍTULO: Análise comparativa entre cimentos Portland utilizados na construção civil e cimentos odontológicos à base de clínquer.

GRAU: Mestre em Estruturas e Construção Civil ANO: 2023

É concedida à Universidade de Brasília a permissão para reproduzir cópias desta monografia de Projeto Final e para emprestar ou vender tais cópias somente para propósitos acadêmicos e científicos. A autora reserva outros direitos de publicação e nenhuma parte desta dissertação de mestrado pode ser reproduzida sem a autorização por escrito da autora.

---

Antônio Caio Andrade Damasceno Cavalcante.  
Rua Italiano Júlio Filizola, nº 1004  
CEP: 62.370-000 São Benedito – CE – Brasil  
e-mail: caiocavallcante@icloud.com

## AGRADECIMENTOS

Antes de tudo, desejo expressar minha gratidão a Deus por Sua presença constante e bênçãos em todos os dias da minha vida. Agradeço por me conceder a força e a disposição necessárias para concluir mais esta importante etapa em minha jornada e por colocar pessoas tão especiais ao meu lado.

Meu sincero agradecimento à minha mãe, Solange Andrade Damasceno. Sua fé em minhas capacidades foi a principal motivação para concluir mais essa etapa. Agradeço seu amor incondicional.

Aos meus queridos irmãos, Kayque e Ygor, pelo apoio constante e orgulho em relação ao meu trabalho são de um valor inestimável para mim.

Aos meus estimados amigos do mestrado, cuja presença e apoio foram fundamentais para minha jornada acadêmica. Em particular, gostaria de agradecer ao Diego, Raynara, Rodrigo, Victor B., Victor L. e Mara por compartilharem comigo momentos significativos ao longo desses anos de estudo.

À minha amiga Larissa Mota pelo apoio inestimável que ela prestou tanto durante o período de mestrado na Universidade de Brasília (UnB) quanto ao longo de toda a nossa graduação na Universidade Vale do Acaraú (UVA-CE). Sua presença e suporte foram fundamentais em minha trajetória acadêmica, se tornando uma referência de competência e companheirismo.

Aos meus amigos e companheiros de vida: Victor Andrei, Thaís A., Rafaela, Letícia, Bel, Sara, Rafael, Lucas, Elane, Thalís, Anastácio, Bia, Ana, Caio, Rayssa, Alan, Léo, Glailson, Lairton, Lima, Amanda, Luiza, Afonso, Álvaro, Ananias, Yago.

Gostaria de expressar meu profundo agradecimento ao meu estimado orientador, Professor Doutor João Henrique, por ter acreditado em meu potencial. Sua constante disponibilidade e disposição em oferecer auxílio, baseados em sua confiança em minha capacidade, são motivo de imensa gratidão. Além disso, valorizo imensamente o cuidado e, sobretudo, a paciência demonstrada em todos os momentos.

Ao meu estimado coorientador, Professor Doutor Jacy Carvalho, pelos valiosos ensinamentos e oportunidades concedidas desde o momento em que nos conhecemos. Além disso, sou imensamente grato por toda a assistência prestada no decorrer da pesquisa e nos laboratórios

de Odontologia, que contribuíram significativamente para o desenvolvimento interdisciplinar deste trabalho.

Ao técnico Flávio Henrique e colegas do laboratório do instituto de química da UnB por todo auxílio prestado nas etapas de laboratório e à equipe de Furnas.

As demais equipes técnicas que de alguma forma me auxiliaram em atividades do meu programa experimental. Em especial aos técnicos do LEM – UnB (Gabriel e Patrícia).

Ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) e à Fundação de Apoio à Pesquisa do Distrito Federal (FAP-DF) pelos apoios financeiros.

A todos os professores e funcionários do Programa de Pós-graduação em Estruturas e Construção Civil da Universidade de Brasília (PECC/UnB).

Também gostaria de expressar minha gratidão mais sincera aos zeladores e às pessoas que cuidaram da limpeza e manutenção das salas de estudo. Embora muitas vezes passe despercebido, seu trabalho é crucial para nossa jornada acadêmica. Além disso, quero enfatizar a gentileza e a amabilidade dessas pessoas.

Por fim, gostaria de expressar minha gratidão à Universidade de Brasília, sem a qual esta aspiração não teria sido alcançada. Ela me deu não apenas a oportunidade de aprimorar meus conhecimentos científicos e técnicos, mas também uma experiência de aprendizado valiosa. A Universidade me ensinou que o sucesso é alcançado por meio do trabalho em equipe e da colaboração.

*Dedico esta pesquisa a Deus e à minha mãe em consideração ao amor, apoio e dedicação  
incansável que recebi em todos os momentos.*

## RESUMO

O uso de materiais cimentícios é recorrente tanto na construção civil como na Odontologia. No entanto, é notável a escassez de pesquisas que abordam de forma multidisciplinar a comparação entre esses materiais semelhantes. Com isso, os programas de Pós-graduação em Estruturas e Construção Civil (PECC) e o de Pós-graduação em Odontologia (PPGODT) procuraram ampliar por meio da interdisciplinaridade os conhecimentos acerca dos cimentos à base de clínquer, presentes nas duas áreas do conhecimento, através de comparações entre suas características e propriedades próprias. Para este propósito, esta pesquisa avaliou seis materiais cimentícios, sendo dois utilizados na construção civil e quatro utilizados na Odontologia. Esses cimentos foram divididos em dois grupos distintos: Grupo 1, composto por três cimentos cinzas (CP V-ARI, MTA Angelus e MTA Pro-Root), e Grupo 2, composto por três cimentos brancos (CP-B estrutural, MTA Angelus e MTA Pro-Root). Em sua fase anidra, foram avaliados pelos ensaios de Espectrometria por Fluorescência de Raios-X (FRX), Difração de Raios-X (DRX), Granulometria por Raio Laser e Superfície Específica BET. Em seguida, nos seis cimentos hidratados, foram realizados os ensaios seguindo as normas da Odontologia, para o tempo de pega/presa de acordo com a ANSI-ADA (ISO 6876:2012) e para a resistência à compressão das pastas com 1 dia de hidratação, a ANSI/ADA (ISO 9917:2000). E, por fim, a microestrutura das pastas dos seis cimentos foi avaliada pelo ensaio de DRX a 1 dia de hidratação. Os dados dos ensaios permitiram comparar o comportamento dos cimentos anidros e das pastas de forma isolada e conjunta. Foram necessárias adaptações nos ensaios de FRX e DRX, devido à disponibilidade limitada de cimento odontológico, as quais foram consideradas efetivas para o estudo. Os resultados revelaram uma semelhança na composição química entre os cimentos, com a exceção dos agentes radiopacificadores presentes nos cimentos odontológicos, bem como a ausência de gesso nos MTAs da Angelus, que fez com que a etringita não fosse formada durante o processo de hidratação das pastas destes cimentos. Além disso, as superfícies específicas BET dos cimentos odontológicos mostraram-se superiores às dos cimentos Portland, ao passo que estes apresentaram maior resistência, enquanto os MTAs da Angelus demonstraram as menores resistências. Com isso, as análises comparativas permitiram uma contribuição significativa para um maior entendimento das características e propriedades desses cimentos.

Palavras-chave: cimentos à base de clínquer, construção civil, Odontologia, análise comparativa.



## ABSTRACT

The use of cementitious materials is common in both civil construction and dentistry. However, there is a noticeable scarcity of research that has approached the multidisciplinary comparison between these similar materials. In light of this, the Postgraduate Programs in Structures and Civil Construction (PECC) and Dentistry (PPGODT) sought to expand the knowledge about clinker-based cements, present in both fields of knowledge, through comparisons of their respective characteristics and properties, using an interdisciplinary approach. For this purpose, this research evaluated six cementitious materials, including two used in civil construction and four used in dentistry. These cements were divided into two distinct groups: Group 1, composed of three gray cements (CP V-ARI, MTA Angelus, and MTA Pro-Root), and Group 2, composed of three white cements (CP-B structural, MTA Angelus, and MTA Pro-Root). In their anhydrous phase, they were evaluated through X-ray Fluorescence Spectrometry (XRF), X-ray Diffraction (XRD), Laser Particle Size Analysis, and BET Specific Surface Area tests. Subsequently, in the hydrated cements, the setting time of the six cements was determined following the ANSI-ADA dental standard (ISO 6876:2012), and the compressive strength of the pastes at 1 day of hydration was measured following the ANSI/ADA dental standard (ISO 9917:2000). Finally, the microstructure of the pastes of the six cements was evaluated through XRD analysis at 1 day of hydration. The data from these tests allowed for a comparison of the behavior of the anhydrous cements and the pastes, both individually and collectively. Adaptations to the XRF and XRD tests were necessary due to the limited availability of dental cement, and these adaptations were considered effective for the study. The results revealed a similarity in the chemical composition of the cements, with the exception of the radiopacifying agents present in the dental cements, as well as the absence of gypsum in the Angelus MTA cements, which prevented the formation of ettringite during the hydration process of these cements. Furthermore, the BET specific surface areas of the dental cements were found to be higher than those of Portland cements, while the latter exhibited higher strength, whereas the Angelus MTA cements demonstrated the lowest strengths. Thus, the comparative analyses made a significant contribution to a better understanding of the characteristics and properties of these cements.

Keywords: clinker-based cements, civil construction, dentistry, comparative analysis.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Quantidade de publicações dos últimos 10 anos da base SCOPUS. ....	3
Figura 2: Publicações por ano dos últimos 10 anos da base SCOPUS. ....	4
Figura 3: Consumo aparente do CPC no Brasil (SNIC, 2021).....	10
Figura 4: Fluxograma de processo de produção do cimento Portland utilizado na construção civil (CPC).....	10
Figura 5: MTA/COBC em pó: (a) branco; (b) cinza. ....	16
Figura 6: Aplicação clínica do MTA/COBC.....	16
Figura 7: Principais locais de aplicações do agregado de trióxido mineral (MTA) / cimento odontológico à base de clínquer (COBC) (ANGELUS, 2016). ....	18
Figura 8: Instrumento para aplicação de MTA/COBC (ANGELUS, 2016).....	18
Figura 9: Molde e braçadeira para preparação de espécimes para teste de resistência à compressão na Odontologia (ANSI/ADA, 2000). ....	30
Figura 10: Resultado de DRX para pastas de CPC com 1h, 4h, 6h, 8h, 10h, 12h, 1d, 3d, 28d de hidratação. (OU; MA; JIAN, 2011).....	33
Figura 11: Conteúdo presente no interior da caixa do COBC PI. ....	38
Figura 12: Conteúdo presente no interior da caixa do COBC PII.....	40
Figura 13: Fluxograma do programa experimental.....	41
Figura 14: Molde comumente utilizado para realização do ensaio de FRX. ....	42
Figura 15: Molde de alumínio desenvolvido para realização do ensaio de FRX.....	43
Figura 16: Molde de aço desenvolvido para realização do ensaio de FRX. ....	43
Figura 17: Cimentos anidros na lâmina usual (CPC I e CPC II).....	44
Figura 18: Parte frontal da lâmina reflexiva utilizada no Método 1. ....	44
Figura 19: Realização do ensaio de DRX. ....	45
Figura 20: Método 2 - parte traseira da lâmina reflexiva com preenchimento do cimento em filete.....	45
Figura 21: Conteúdo de água destilada presente nas caixas dos COBC PI e do COBC PII. ...	50
Figura 22: Moldes, espátula e placas de vidro utilizadas nos ensaios da Fase 2. ....	51
Figura 23: Máquina de ensaios universal EZ-X Series (Shimadzu Scientific Instruments – Columbia, MD, EUA), utilizada para os testes de resistência à compressão.....	54
Figura 24: Características da confecção das pastas de cimento e preenchimento dos moldes.	55
Figura 25: Equipamento de armazenamento das amostras. ....	55

Figura 26: (a) Dispositivo confeccionado para remoção das amostras; (b) Dispositivo desmontado.....	56
Figura 27: Materiais utilizados para realizar o processo de paralização da hidratação. ....	56
Figura 28: Processo de paralização da hidratação.....	56
Figura 29: Procedimento para pulverização das amostras com hidratação paralisada.....	57
Figura 30: Difratoogramas dos cimentos anidros através das lâminas: a) comum (CPC I); b) reflexiva semiesfera (CPC I-1).....	67
Figura 31: Difratoogramas dos cimentos anidros através das lâminas: a) comum (CPC II); b) reflexiva semiesfera (CPC II-1). ....	68
Figura 32: Lâminas: a) CPC I e CPC II: usual com preenchimento total; b) CPC I-1 e CPC II- 1: reflexiva com preenchimento da semiesfera; c) CPC I-2 e CPC II-2: reflexiva com preenchimento em filete. ....	69
Figura 33: Difratoogramas do CPC I gerados através dos três métodos analisados. ....	69
Figura 34: Difratoogramas do CPC II gerados através dos três métodos analisados.....	70
Figura 35: Difratoogramas: (a) CPC I-1; (b) CPC I-2. ....	71
Figura 36: Difratoograma: (a) COBC PI-1; (b) COBC PI-2.....	73
Figura 37: Difratoograma: (a) COBC AI-1; (b) COBC AI-2.....	75
Figura 38: Difratoograma: (a) CPC II-1; (b) CPC II-2. ....	77
Figura 39: Difratoograma: (a) COBC PII-1; (b) COBC PII-2. ....	79
Figura 40: Difratoograma: (a) COBC AII-1; (b) COBC AII-2.....	81
Figura 41: Comparativo com a intensidade dos picos entre os difratogramas dos cimentos anidros cinzas. ....	83
Figura 42: Ampliação do comparativo dos difratogramas dos cimentos anidros do grupo 1 com detecção dos compostos. ....	84
Figura 43: Comparativo com a intensidade dos picos entre os difratogramas dos cimentos anidros brancos.....	87
Figura 44: Ampliação do comparativo dos difratogramas dos cimentos anidros do grupo 2 com detecção dos compostos. ....	88
Figura 45: Distribuição granulométrica do Grupo 1: a) CPC I; b) COBC PI c) COBC AI. ....	95
Figura 46: Distribuição granulométrica dos cimentos do Grupo 1. ....	97
Figura 47: Distribuição granulométrica do Grupo II: a) CPC II; b) COBC P II c) COBC A II. .....	98
Figura 48: Distribuição granulométrica dos cimentos do Grupo 2. ....	100
Figura 49: Difratoograma: (a) CPC I-1-1d; (b) CPC I-2-1d. ....	110

Figura 50: Difratoograma: (a) COBC PI-1-1d; (b) COBC PI-2-1d. ....	112
Figura 51: Difratoograma: (a) COBC AI-1-1d; (b) COBC AI-2-1d. ....	114
Figura 52: Difratoograma: (a) CPC II-1-1d; (b) CPC II-2-1d. ....	116
Figura 53: Difratoograma: (a) COBC PII-1-1d; (b) COBC PII-2-1d. ....	118
Figura 54: Difratoograma: (a) COBC AII-1-1d; (b) COBC AII-2-1d. ....	120
Figura 55: Comparativo com a intensidade dos picos entre os difratogramas dos cimentos cinzas com 1 dia de hidratação. ....	122
Figura 56: Ampliação do comparativo dos difratogramas dos cimentos com 1 dia de hidratação do grupo 1 com detecção dos compostos. ....	123
Figura 57: Comparativo com a intensidade dos picos entre os difratogramas dos cimentos brancos com 1 dia de hidratação. ....	125
Figura 58: Ampliação do comparativo dos difratogramas dos cimentos com 1 dia de hidratação do grupo 2 com detecção dos compostos. ....	126

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Categorização dos artigos com maior relevância quanto ao título do artigo, aos autores, ano de publicação, objetivo e ensaios de caracterização. ....	5
Tabela 2: Principais compostos do clínquer/cimento Portland. ....	12
Tabela 3: Composição média do clínquer (Adaptado, TARTUCE; GIOVANNETTI, 1990). ....	12
Tabela 4: Caracterizações físicas e mecânicas do cimento CPC I. ....	37
Tabela 5: Caracterizações físicas e mecânicas do cimento CPC II. ....	39
Tabela 6: Cálculo da relação a/c para o COBC AI estipulada pelo fabricante. ....	49
Tabela 7: Cálculo da relação a/c para o COBC AII estipulada pelo fabricante. ....	49
Tabela 8: Relações a/c de cada cimento à base de clínquer. ....	50
Tabela 9: Composições químicas dos cimentos do grupo 1. ....	59
Tabela 10: Composições químicas dos cimentos do grupo 2. ....	63
Tabela 11: Legenda para os principais compostos encontrados nos cimentos anidros. ....	83
Tabela 12: Distribuição das superfícies específicas BET encontradas para os cimentos estudados. ....	92
Tabela 13: Distribuição das superfícies específicas BET encontradas para os cimentos cinzas. ....	93
Tabela 14: Distribuição das superfícies específicas BET encontradas para os cimentos brancos. ....	94
Tabela 15: Distribuição de frequências acumuladas da granulometria dos cimentos do Grupo 1. ....	95
Tabela 16: Distribuição de frequências acumuladas da granulometria dos cimentos do Grupo II. ....	99
Tabela 17: Resultados dos ensaios de tempo de presa dos cimentos cinzas estudados em minutos. ....	102
Tabela 18: Resultados dos ensaios de tempo de presa dos cimentos brancos estudados em minutos. ....	103
Tabela 19: Resultados dos ensaios de resistência à compressão dos cimentos cinzas estudados. ....	106
Tabela 20: Resultados dos ensaios de resistência à compressão dos cimentos brancos estudados. ....	107
Tabela 21: Legenda para os principais compostos encontrados nos cimentos hidratados. ....	122

## LISTA DE ABREVIATURAS

a/c	Relação em massa entre água e cimento
ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
AFm	Monossulfoaluminato de cálcio hidratado
AFt	Etringita
ANSI - ADA	American National Standard Institute/American Dental Association
CH	Hidróxido de cálcio
COBC	Cimento Odontológico à Base de Clínquer
cm	Centímetro ( $10^{-2}$ m)
cm <sup>3</sup>	Centímetro cúbico
CaO	Óxido de cálcio (cal livre)
Cs	Counts
C <sub>2</sub> S	Silicato dicálcico
C <sub>3</sub> S	Silicato tricálcico
C <sub>3</sub> A	Aluminato tricálcico
C <sub>4</sub> AF	Ferroaluminato tetracálcico
CER	Cimento Endodôntico Rápido
CPC	Cimento Portland da construção civil
C-S-H	Silicato de Cálcio Hidratado
DRM	Desvio Relativo Máximo
DRX	Difração de raios X
dTG	Derivada da curva de Termogravimetria
FRX	Espectroscopia por Fluorescência de raios X
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
MPa	Mega Pascal, unidade de medida de resistência
MMD	Método de Mensuração de Degradação
min	Minutos
MCS	Materiais Cimentícios Suplementares
MTA	Agregado de Trióxido Mineral

SCR	Sistema de canais radiculares
NBR	Norma Brasileira
NM	Norma Mercosul
UnB	Universidade de Brasília
WBCSD	World Business Council for Sustainable Development

## SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO.....</b>	<b>1</b>
1.1	Importância do Tema.....	1
1.2	Motivação da Pesquisa .....	3
1.3	Objetivos.....	7
1.3.1	Objetivo geral.....	7
1.3.2	Objetivos específicos: .....	7
<b>2</b>	<b>REVISÃO DA LITERATURA .....</b>	<b>9</b>
2.1	Cimento Portland da Construção Civil (CPC).....	9
2.2	Cimento Odontológico à Base de Clínquer (COBC) / Agregado de Trióxido Mineral (MTA).....	15
2.2.1	Processo de fabricação do MTA/COBC: um biomaterial.....	19
2.3	Ensaio para verificação das propriedades físico-mecânicas dos cimentos .....	23
2.3.1	Tempo de Presa/Pega .....	23
2.3.2	Alteração dimensional após endurecimento.....	26
2.3.3	Resistência à compressão .....	28
2.4	Ensaio utilizado para avaliação da microestrutura dos materiais.....	31
2.4.1	Espectrometria por fluorescência de raios-X (FRX).....	31
2.4.2	Difração de Raios-X (DRX).....	32
2.4.3	Granulometria por raio laser .....	34
<b>3</b>	<b>PROGRAMA EXPERIMENTAL.....</b>	<b>36</b>
3.1	Materiais .....	36
3.1.1	CPC I: Cimento Portland V - ARI cinza .....	36
3.1.2	COBC PI: MTA Pro-Root cinza (Dentsply Sirona).....	37
3.1.3	COBC AI: MTA Angelus cinza (Angelus) .....	38
3.1.4	CPC II: Cimento Portland branco (Axton).....	38
3.1.5	COBC PII: MTA Pro-Root branco (Dentsply Sirona).....	39
3.1.6	COBC AII: MTA Angelus branco (Angelus) .....	40
3.2	Metodologia experimental.....	40
3.2.1	FASE 1: Caracterização dos Cimentos Anidros .....	41
3.2.2	FASE 2: Avaliação do tempo de presa e das propriedades mecânicas através do ensaio de resistência à compressão a 1 dia .....	47
3.2.3	FASE 3: Avaliação dos produtos de hidratação das pastas a 1 dia .....	55



<b>4</b>	<b>RESULTADOS E DISCUSSÕES .....</b>	<b>58</b>
4.1	FASE 1: Caracterização dos cimentos anidros .....	58
4.1.1	Fluorescência de raios-X .....	58
4.1.2	Difração de raios-X .....	66
4.1.3	Superfície específica - BET .....	92
4.1.4	Granulometria por raio laser .....	94
4.2	FASE 2: Avaliação do tempo de presa e das propriedades mecânicas através do ensaio de resistência à compressão a 1 dia .....	102
4.2.1	Avaliação do tempo de presa .....	102
4.2.2	Avaliação das propriedades mecânicas através do ensaio de resistência à compressão a 1 dia .....	104
4.3	FASE 3: Avaliação da microestrutura das pastas a 1 dia .....	109
4.3.1	Difratogramas advindos da difração de raio-X a 1 dia de hidratação .....	109
4.3.2	Difração de raios-X nos cimentos com 1 dia de hidratação: Comparação entre os cimentos presentes em cada grupo de estudo .....	121
<b>5</b>	<b>CONCLUSÕES .....</b>	<b>129</b>
5.1	Sugestões para pesquisas futuras .....	131
	<b>REFERÊNCIAS .....</b>	<b>132</b>

# 1 INTRODUÇÃO

## 1.1 IMPORTÂNCIA DO TEMA

O cimento Portland da construção civil (CPC), classificado como material cerâmico, apresenta-se na forma de um pó cinza ou branco com propriedades aglomerantes, aglutinantes ou ligantes, que promove a pega e o endurecimento sob ação da água, sendo, portanto, o agente responsável pela transformação da mistura dos componentes do concreto em uma espécie de “pedra artificial” ou no produto final desejado (uma laje, uma viga, um revestimento etc).

De acordo com Tavares e Luiz (1997) o cimento Portland surgiu na construção civil, em 1824, quando foi patenteado por Joseph Aspdin. Ele é definido como um aglomerante hidráulico resultante da moagem do clínquer (96%), obtido a partir do cozimento até a fusão parcial da mistura de calcário e argila, convenientemente dosado e homogeneizado, de tal forma que após o cozimento não resulte em cal livre em proporções prejudiciais. Após o cozimento, é realizada a adição de sulfato de cálcio (gipsita) em proporção adequada (em torno de 4%) para regularizar a pega e em seguida é conduzida a moagem. A constituição do clínquer baseia-se em quatro fases fundamentais: silicato tricálcico ( $\text{Ca}_3\text{SiO}_5$ ), silicato dicálcico ( $\text{Ca}_2\text{SiO}_4$ ), aluminato tricálcico ( $\text{Ca}_3\text{Al}_2\text{O}_6$ ) e ferroaluminato tetracálcico ( $\text{Ca}_4\text{Al}_2\text{Fe}_2\text{O}_{10}$ ) (TAVARES & LUIZ, 1997).

O CPC é considerado o material de engenharia mais amplamente utilizado na construção civil e desempenha um papel fundamental na sociedade moderna devido suas propriedades mecânicas e sua alta resistência à água quando endurecido. Essa grande produção e consumo se deve, principalmente, à versatilidade desse aglomerante, à existência de recursos naturais para sua fabricação e ao seu custo relativamente baixo.

Porém, não foi só a construção civil que se beneficiou com o advento desse cimento hidráulico à base de clínquer. Na Odontologia, a utilização de cimentos à base de clínquer tem crescido consideravelmente, principalmente na área de Endodontia (especialidade responsável pelo tratamento dos canais radiculares), devido à suas propriedades físico-químicas e mecânicas, mesmo diante da presença de fluido sanguíneo; e, mais importante ainda, para a área de saúde, em virtude de sua excelente resposta biológica. Essa característica de biocompatibilidade dos cimentos hidráulicos à base de clínquer na Odontologia, fez com que

esse tipo de material fosse elevado ao “status” de “biomaterial” (PARIROKH & TORABINEJAD, 2010).

O primeiro cimento hidráulico de uso odontológico foi proposto por Mahmoud Torabinejad e Dean J. White, em 1993, que, por meio de uma patente, apresentaram um método aprimorado para aplicação e selamento de cavidades dentárias que envolvia o uso de uma composição de cimento com numerosas vantagens sobre os materiais obturadores (aplicados no interior do canal radicular) e retrobturadores (aplicados na parte externa da raiz dentária) existentes à época da requisição da patente, incluindo a capacidade de ocorrer a pega e o endurecimento (“tomar presa”, em Odontologia) mesmo em um ambiente com presença de umidade. Na patente, os inventores informaram que, numa incorporação recomendada, a composição do material deveria compreender o cimento Portland, ou variações na composição de tal cimento, exibindo propriedades físicas favoráveis suficientes para promover um selamento eficiente contra a reentrada de organismos infecciosos. Como o CPC não é radiopaco, os inventores propuseram também a adição de óxido de bismuto ( $\text{Bi}_2\text{O}_3$ ), um agente radiopacificador, para fins de diagnóstico odontológico. Com a adição de  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  no cimento Portland para uso odontológico, entre 1993 e 1995, Torabinejad produziu uma série de estudos apresentando o referido material à base de clínquer, para toda comunidade odontológica, nominando-o como Agregado de Trióxido Mineral (“MTA”, sigla proveniente da denominação do material em língua inglesa: “*Mineral Trioxide Aggregate*”).

A partir das evidências científicas de sua efetiva biocompatibilidade, do detalhamento estrutural e da compreensão do comportamento clínico do MTA, o clínquer presente no CPC e suas fases passaram a atrair a atenção de pesquisadores e da indústria odontológica (PARIROKH & TORABINEJAD, 2010). Seu excelente desempenho como biomaterial é atribuído à formação de hidróxido de cálcio,  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ , como um subproduto da sua reação de hidratação.

Segundo Dammaschke *et al.* (2005), embora o CPC não seja um material de uso odontológico direto, pode-se afirmar que possui basicamente os mesmos componentes químicos do MTA, o cimento odontológico à base de clínquer (COBC). Essa foi a denominação atribuída nesse estudo aos cimentos de MTA.

Assim, realizar uma caracterização dos CPCs e dos COBCs, bem como compará-los, contribui para ampliar o conhecimento sobre os cimentos cerâmicos à base de clínquer. Além

disso, busca preencher lacunas existentes, com o objetivo de promover a melhoria de aspectos físico-químicos, mecânicos e econômicos desses materiais hidráulicos utilizados em ambas áreas do conhecimento.

## 1.2 MOTIVAÇÃO DA PESQUISA

Na busca por um conhecimento mais vasto das características intrínsecas do cimento Portland utilizado na construção civil (CPC), duas linhas de pesquisa de dois Programas de Pós-Graduação da UnB, sejam elas a linha de pesquisa “Tecnologia, Processos, Componentes e Materiais de Construção” do Programa de Pós-graduação em Estruturas e Construção Civil (PECC) e a linha de pesquisa “Métodos e Materiais para Diagnóstico, Prevenção e Terapêutica em Odontologia” do Programa de Pós-Graduação em Odontologia (PPGODT), procuram ampliar por meio da interdisciplinaridade os conhecimentos acerca dos cimentos cerâmicos à base de clínquer, como o CPC e o MTA/COBC, através de comparações entre suas características físico-químicas e mecânicas próprias. Por meio de similaridades e diferenças encontradas, novos resultados e possibilidades de estudos podem ser evidenciados, e, assim, promover o aprimoramento desses materiais hidráulicos em algum aspecto.

Dentro dos Programas de Pós-graduação, é inédito o presente estudo e poucos foram os trabalhos nacionais e internacionais encontrados com esse nível de interface multidisciplinar como se pretende. Este fato foi comprovado por meio da realização de uma busca inicial na base de dados Scopus. A “string” de busca utilizada na referida base de dados foi “Portland AND cement AND MTA”, buscando investigações que abordassem as três palavras-chave no mesmo estudo. A pesquisa foi limitada às áreas de Engenharias, Ciência dos Materiais e Odontologia, além de limitar as publicações aos últimos 10 anos, excluindo dos resultados o ano atual de 2023, por ainda não apresentar resultados representativos para a análise. Em vista disso, foram encontrados 133 resultados, como pode ser visto na Figura 1.

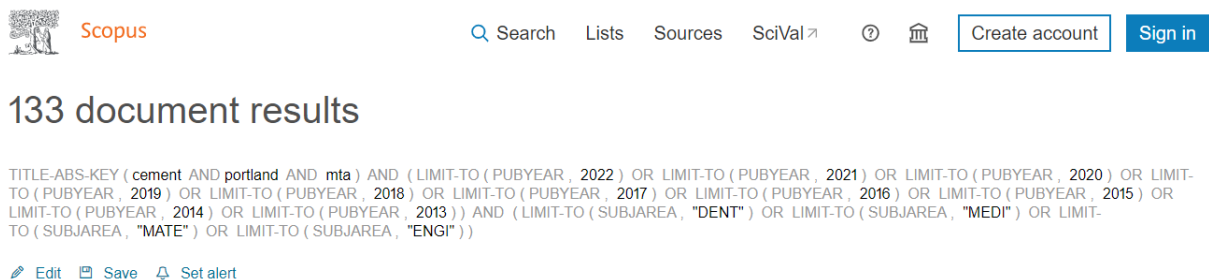


Figura 1: Quantidade de publicações dos últimos 10 anos da base SCOPUS.

Observa-se na Figura 1 uma pequena quantidade de resultados, mesmo com uma busca abordando dois temas tão abrangentes. Com isso, foi necessário realizar uma análise por meio do quantitativo total de artigos publicados anualmente, no período em estudo, para uma visão mais detalhada sobre esses resultados, conforme exposto na Figura 2.

### Documents by year

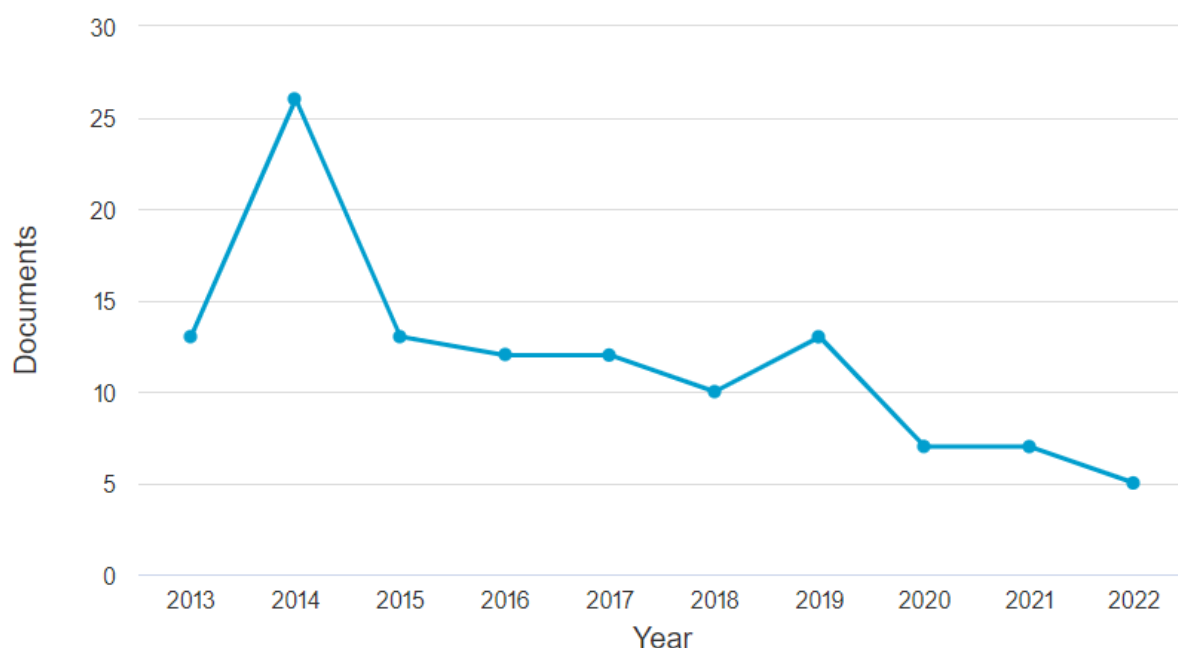


Figura 2: Publicações por ano dos últimos 10 anos da base SCOPUS.

Conforme ilustrado no gráfico apresentado na Figura 2, a análise dos trabalhos anuais que abordam simultaneamente as duas temáticas revela uma distribuição predominante na faixa de 10 a 15 estudos por ano, com um pico significativo em 2014, com mais de 25 trabalhos. Nos últimos três anos (2020, 2021 e 2022), porém, observa-se uma diminuição desse número e uma média anual inferior a 10 trabalhos, possivelmente influenciada negativamente pela pandemia da Covid-19, que impactou diversos setores, incluindo a produção acadêmica. Contudo, é esperado um aumento na quantidade de estudos nos próximos anos, impulsionado pela atual conjuntura de interdisciplinaridade entre diferentes áreas de estudo e pela busca pela ampliação do conhecimento.

Após uma análise detalhada dos 133 artigos, verificou-se que são poucos os estudos que abordam uma comparação entre os diferentes tipos de cimentos, sendo comumente mencionados apenas o MTA Pro-Root (COBC P) ou o MTA Angelus (COBC A) como cimentos originados do CPC. A partir da leitura dos resumos e dos trabalhos na íntegra, constatou-se que o presente estudo obteve 5 artigos com maior relevância com o tema, por

meio da busca na base de dados SCOPUS. Os artigos foram analisados e sintetizados, avaliando-se os aspectos de autoria, ano de publicação, título do artigo, objetivo e ensaios de caracterização, conforme apresentado na Tabela 1, para posteriores análises entre os resultados.

Tabela 1: Categorização dos artigos com maior relevância quanto ao título do artigo, aos autores, ano de publicação, objetivo e ensaios de caracterização.

Nº	Título do Artigo	Autores	Ano	Objetivo	Ensaios de caracterização
1	Morphological and Chemical Analysis of Different Types of Calcium Silicate-Based Cements	MAHMOUD, O.; AL-AFIFI, N.; FAROOK, M.; IBRAHIM, M.; AL SHEHADAT, S.; ALSAEGH, M.	2022	Este estudo teve como objetivo avaliar e comparar os principais constituintes e estruturas cristalinas juntamente com a morfologia da superfície de diferentes tipos de cimento à base de silicato de cálcio.	Foram utilizados os seguintes ensaios de caracterização: microscopia eletrônica de varredura/raios-X de energia dispersiva, difração de raios-X e espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier.
2	Comparison of chemical composition between Indonesian white portland cement and MTA as dental pulp capping material	NURDIN, D.; PRIMATHEN A, I.; FARAH, R. A.; CAHYANTO, A.	2019	O objetivo deste estudo foi avaliar a composição química do cimento Portland branco fabricado na Indonésia (amostra) em comparação ao MTA (controle).	Amostras e controle foram avaliados usando espectrometria de fluorescência de raios-X (XRF) e Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier (FT-IR).
3	Composition and particle size of mineral trioxide aggregate, Portland cement and synthetic geopolymers	OSIRO, O. A.; KARIUKI, D. K.; GATHECE, L. W.	2018	O objetivo deste estudo foi descrever a composição e granulometria do cimento Portland (CP) e geopolímeros em comparação ao agregado trióxido mineral (MTA).	Os materiais foram caracterizados por difração de raios X (DRX), fluorescência de raios X (FRX), energia dispersiva e difração a laser.

4	Physico-chemical and biological properties of a new portland cement-based root repair material	DE SOUZA, L. C.; YADLAPATI, M.; LOPES, H. P.; SILVA, R.; LETRA, A.; ELIAS, C. N.	2017	O objetivo deste estudo foi propor o carbonato de bismuto, um agente radiopacificador, como um novo material de reparo endodôntico radicular que foi adicionado ao cimento Portland (CP) a 2% em peso, 5% em peso, 10% em peso e 15% em peso, e propriedades físico-químicas e biológicas de cada formulação foi avaliada em comparação com o MTA-Angelus.	Os materiais foram caracterizados por microscopia eletrônica de varredura (MEV), difração de raios X (DRX), espectrômetro de energia dispersiva (EDS), tempo de presa, radiopacidade, PH e solubilidade.
5	Chemical and morphological characteristics of mineral trioxide aggregate and portland cements	KHAN, S.; KALEEM, M.; FAREED, M. A.; HABIB, A.; IQBAL, K.; ASLAM, A.; UD DIN, S.	2016	O objetivo deste estudo foi investigar a composição química e a morfologia das partículas do agregado trióxido mineral branco (WMTA) e de dois cimentos Portland brancos (CEM 1 e CEM 2).	A análise composicional foi realizada por espectroscopia de energia dispersiva de raios X, espectrometria de fluorescência de raios X, difração de raios X, e microscópio eletrônico de varredura.

A falta de comparações e análises interdisciplinares mais abrangentes entre os cimentos pode limitar a compreensão das diferenças e características específicas de cada material, o que torna imprescindível uma maior análise entre esses cimentos cerâmicos em ambas áreas do conhecimento.

O objetivo primordial deste estudo consiste em realizar uma minuciosa comparação analítica interdisciplinar entre os COBCs e os CPCs. Tal análise será realizada por meio de ensaios de caracterização do material em sua fase anidra, além de ensaios físico-químicos e mecânicos tanto no estado fresco quanto endurecido. O propósito subjacente é identificar eventuais disparidades e/ou semelhanças no comportamento desses materiais. A execução de avaliações comparativas entre esses distintos tipos de cimentos tem emergido gradualmente como uma linha de pesquisa explorada por estudiosos, com o intuito de aprofundar o conhecimento e compreender as particularidades intrínsecas a cada um desses materiais.

Os ensaios a serem realizados serão conduzidos em conformidade com as normas específicas da Odontologia, considerando as particularidades dos cimentos odontológicos que apresentam um custo elevado, com um valor médio de R\$3.000,00 por apenas 10g do material. Esse fator restritivo impede a realização dos ensaios de acordo com as normas de engenharia, que

eventualmente demandam quantidades maiores de material na realização dos ensaios. No entanto, mesmo diante dessa limitação, o estudo se esforçará para obter dados relevantes e significativos por meio dos ensaios adaptados às condições e recursos disponíveis.

Tanto na área da construção civil quanto na Odontologia, é de suma importância o conhecimento e a compreensão das propriedades dos cimentos à base de clínquer. Isso se deve às suas diversas aplicações, requisitos de segurança, indicações específicas e ao contínuo aprimoramento desses materiais. Com o intuito de ampliar o conhecimento nessa área, torna-se essencial a realização de estudos que investiguem e elucidem as propriedades físico-químicas e mecânicas de cada tipo de cimento através de comparações entre esses materiais.

### 1.3 OBJETIVOS

Nesta seção, são apresentados o objetivo geral e os objetivos específicos que delimitam o escopo da presente pesquisa.

#### 1.3.1 Objetivo geral

O objetivo geral deste estudo é investigar e analisar os efeitos e comportamentos dos COBCs em comparação com os CPCs. A pesquisa busca compreender as propriedades físico-químicas e mecânicas desses materiais, com o intuito de proporcionar uma melhor compreensão do comportamento desses cimentos, contribuindo para seu uso adequado, segurança e potenciais avanços em ambas áreas do conhecimento.

#### 1.3.2 Objetivos específicos:

- Realizar ensaios de caracterização dos COBCs e dos CPCs, tanto na fase anidra quanto nas fases fresca e endurecida.
- Comparar as propriedades físico-químicas dos COBCs e CPCs, avaliando fatores como composição química, granulometria e superfície específica.
- Analisar as propriedades mecânicas das pastas de cimento com 1 dia de hidratação, através do ensaio de resistência à compressão conforme as especificações da Odontologia.
- Desenvolvimento de métodos e técnicas adaptadas que permitam a comparação dos COBCs e dos CPCs nos mesmos equipamentos de ensaio, de modo a obter resultados mais confiáveis e comparáveis.



- Realizar análises da microestrutura das pastas dos cimentos em estudo utilizando a técnica de difração de raios-X (DRX) após 1 dia de hidratação e, assim, investigar as mudanças microestruturais ocorridas nas pastas durante o processo de hidratação, a fim de compreender e comparar os comportamentos das matrizes cimentícias.

## 2 REVISÃO DA LITERATURA

Este capítulo tem como objetivo realizar uma revisão abrangente da literatura, com o intuito de levantar informações pertinentes sobre os cimentos Portland da construção civil (CPCs), os cimentos odontológicos à base de clínquer (COBCs) e as normas e ensaios utilizados nesta pesquisa.

Inicialmente, são explorados aspectos relacionados ao CPC, abrangendo desde sua produção até o processo de hidratação. Em seguida, são discutidas as aplicações e definições dos COBCs, enfatizando suas características e particularidades relevantes. Posteriormente, são apresentadas as normas e ensaios que envolvem a análise das propriedades físico-químicas e mecânicas, com ênfase na Odontologia, e estabelecendo correlações com os procedimentos adotados na engenharia, sempre que aplicável. Além disso, são revisados os resultados encontrados por outros pesquisadores que utilizaram esses ensaios nos cimentos em estudo, fornecendo uma base comparativa para os resultados obtidos nesta pesquisa. A revisão abrangente da literatura busca fornecer um embasamento teórico sólido e atualizado, visando subsidiar e fundamentar as etapas subsequentes da pesquisa.

### 2.1 CIMENTO PORTLAND DA CONSTRUÇÃO CIVIL (CPC)

O cimento é utilizado nas mais diversas obras, como edifícios, viadutos, aeroportos entre outros, fazendo dele um dos materiais mais consumidos no mundo, sendo inferior somente ao consumo de água (MEHTA & MONTEIRO, 2014). Com demanda anual média na ordem de 3,6 bilhões de toneladas/ano, a tendência é de que o consumo de CPC continue a expandir, com um aumento esperado de 12 a 23% até 2050 (IEA/WBCSD/CSI, 2018).

No Brasil, o Sindicato Nacional da Indústria do Cimento (SNIC, 2021) em seu último relatório anual, cita que o consumo de cimento amargou quedas expressivas por 4 anos, de 2014 a 2018, acumulando perdas de 27,2% e o fechamento de 20 fábricas e diversos fornos. Entretanto, terminou o ano de 2019 com aumento de 3,5%, onde foram produzidas aproximadamente 56,6 milhões de toneladas e marcou o início de um aumento sucessivo do consumo de cimento no país passando para um consumo aparente de 64,5 milhões de toneladas em 2021, assim como mostra a Figura 3.

### Consumo aparente no Brasil (em milhões de toneladas)

Apparent consumption in Brazil (millions of tonnes)

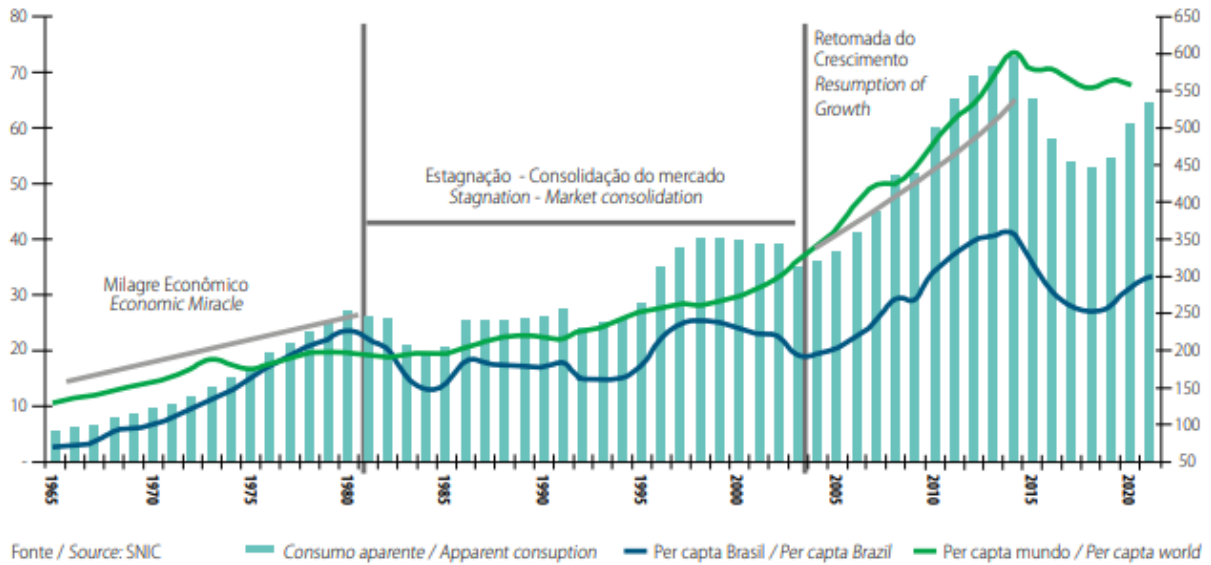


Figura 3: Consumo aparente do CPC no Brasil (SNIC, 2021).

A mesma fonte (SNIC, 2021) indica que a China, a maior produtora mundial, produziu cerca de 2,376 bilhões de toneladas em 2020 e classifica o Brasil como sendo o país com a oitava maior produção anual com 64 milhões de toneladas. Essa produção do CPC envolve a moagem do clínquer juntamente com uma ou mais formas de sulfato de cálcio, que são adicionadas em proporções que geralmente variam de 3% a 5% em massa com a principal finalidade de regular o tempo de pega ou o endurecimento inicial do cimento (BATTAGIN, 2010). Para a fabricação do CPC misturam-se dois tipos de rocha, sejam elas calcário (75% a 80%) e argila (20% a 25%), que são suas matérias-primas mais comuns (ALEXANDRE, 2018). A Figura 4 esquematiza esse processo de produção do CPC.

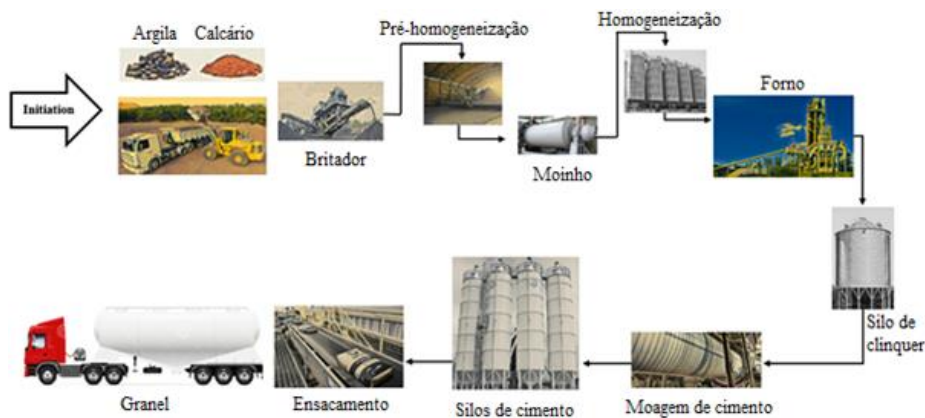


Figura 4: Fluxograma de processo de produção do cimento Portland utilizado na construção civil (CPC).

A dosagem de matérias-primas no processo de produção de cimento é realizada com rigor e controle periódico para garantir os parâmetros químicos adequados do material. As etapas envolvidas no processamento das matérias-primas incluem extração, britagem, pré-homogeneização, moagem e homogeneização. Essas etapas viabilizam que a farinha, produto resultante desses procedimentos, apresente a composição química requerida, a finura apropriada e uma homogeneidade adequada.

Conforme apontado por Rodrigues (2013), após essas etapas iniciais, a farinha é submetida a um processo de queima no forno, resultando na formação do clínquer. Em seguida, o clínquer é resfriado rapidamente para evitar a reversão das reações de transformação mineralógica durante a etapa de aquecimento no forno.

Segundo Paula (2009), o clínquer resfriado é transportado para a etapa final de moagem, onde é adicionado o sulfato de cálcio em uma proporção de aproximadamente 4% a 5%. Nessa etapa, o CPC é moído até alcançar a finura desejada. Em seguida, o cimento é armazenado nos silos de cimento a granel para fins de estocagem. A próxima etapa consiste no ensacamento do cimento, que é realizado por meio de máquinas especializadas que enchem os sacos até atingirem a massa especificada por cada fabricante. Os sacos de cimento mais comuns possuem pesos de 40 kg e 50 kg. Geralmente, o cimento é embalado em sacos de papel kraft de várias camadas e é comercializado a um preço médio de R\$35,00 no Brasil.

Atualmente, quase não são encontrados CPCs puros (clínquer e gesso) no mercado, uma vez que a maioria dos cimentos fabricados no Brasil possui a adição de materiais suplementares. Na fabricação de compósitos cimentícios, os materiais cimentícios suplementares (MCS) são usados para reduzir os custos de produção e reduzir os efeitos da emissão de carbono no meio ambiente e, paralelamente, oferecem melhorias substanciais nas propriedades mecânicas e de durabilidade (CAI *et al.*, 2017; RECHES, 2018; RAHIMZADEH & SALIH, 2022).

No contexto de redução da proporção de clínquer em formulações cimentícias, as classes de materiais cimentícios suplementares (MCS) que apresentam maior expectativa de produção e consumo no Brasil até 2030 são a escória de alto forno, a cinza volante, a argila calcinada e o filler calcário (ROADMAP, 2019).

A reação química entre as matérias-primas do clínquer resulta na formação dos quatro compostos principais, que são o silicato tricálcico ou alita ( $C_3S$ ), silicato dicálcico ou belita

(C<sub>2</sub>S), aluminato tricálcico (C<sub>3</sub>A) e ferroaluminato tetracálcico (C<sub>4</sub>AF) (GIRARDI, 2014). Suas composições químicas e suas abreviações são apresentadas na Tabela 2.

Tabela 2: Principais compostos do clínquer/cimento Portland.

Nome do composto	Composição em óxidos	Abreviatura
Silicato tricálcico	3CaO.SiO <sub>2</sub>	C <sub>3</sub> S
Silicato dicálcico	2CaO.SiO <sub>2</sub>	C <sub>2</sub> S
Aluminato tricálcico	3CaO.Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	C <sub>3</sub> A
Ferroaluminato tetracálcico	4CaO.Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	C <sub>4</sub> AF

Estes compostos perfazem 90-97%, em peso do clínquer, possuindo os teores médios apresentados na Tabela 3 (TARTUCE; GIOVANNETTI, 1990).

Tabela 3: Composição média do clínquer (Adaptado, TARTUCE; GIOVANNETTI, 1990).

Compostos	Teores
C <sub>3</sub> S	40% a 70%
C <sub>2</sub> S	20%
C <sub>3</sub> A	6% a 13%
C <sub>4</sub> AF	10% a 12%

Os demais 3-10%, em peso, são normalmente constituídos por óxidos de magnésio, álcalis (K e Na), enxofre e uma grande variedade de elementos menores, que são oriundos das matérias-primas normalmente utilizadas na produção de clínquer, calcário, argila e cinzas dos combustíveis utilizados no processo de calcinação (PECCHIO, 2013).

A alita (C<sub>3</sub>S) é o constituinte mais presente em massa no clínquer e tem importante papel no endurecimento e na resistência mecânica do cimento às primeiras idades (de 1 a 28 dias). A belita (C<sub>2</sub>S) também desempenha importante papel nas resistências mecânicas do cimento, no entanto como apresenta taxa de hidratação mais lenta, esta influência é mais evidente somente nas idades mais avançadas (acima de 28 dias). Os silicatos constituem aproximadamente 75% da composição do CPC comum, e têm um papel dominante na determinação das características de endurecimento (MEHTA E MONTEIRO, 2014).

O Aluminato Tricálcico (C<sub>3</sub>A) é formado no clínquer a partir da cristalização de um material fundente, compondo em união com o ferroaluminato tetracálcico (C<sub>4</sub>AF) uma fase intersticial. O material fundente que dá origem à fase intersticial, é composto por óxidos de ferro e alumínio que aceleram as reações de clinquerização, reduzindo a temperatura de formação do

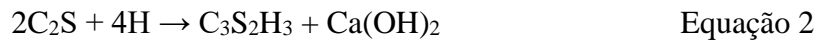
clínquer (PECCHIO, 2013). Ao ser o componente mais reativo do clínquer, o  $C_3A$  é responsável principalmente pela pega do cimento, enquanto o  $C_4AF$  desempenha um papel significativo na resistência química do cimento, particularmente quando as estruturas de concreto são atacadas por sulfatos (MEHTA & MONTEIRO, 2014). Além disso, devido à presença de ferro em sua composição, a fase  $C_4AF$  dá ao cimento a coloração acinzentada (GOBBO, 2003).

Os silicatos de cálcio são os mais relevantes quando se trata da resistência, já os aluminatos são os responsáveis pelas primeiras reações devido sua rápida intensidade de reação. Considerando o calor desenvolvido pelas reações do aglomerante com a água entre os quatro compostos, destaca-se o  $C_3A$ , seguido pelo  $C_3S$ . O  $C_2S$  e o  $C_4AF$  liberam pouco calor por ocasião da hidratação (CINCOTTO, 2011).

O processo de hidratação se desencadeia ao combinar-se o cimento, composto pela junção de clínquer e gipsita, com a água, ocasionando a formação de uma estrutura sólida e resistente. Esse processo compreende um conjunto de reações interdependentes entre suas fases, cada uma com cinética específica, devido aos compostos anidros presentes. Ao entrar em contato com a água, esses compostos reagem e formam produtos hidratados. A proporção relativa de cada fase presente no cimento afeta a evolução geral do processo de hidratação (CINCOTTO, 2011).

No contexto da hidratação do CPC, Mehta e Monteiro (2014) propuseram dois mecanismos. O primeiro é o mecanismo de dissolução-precipitação, que envolve a dissolução dos compostos anidros do cimento e a subsequente formação de hidratos na solução. Devido à sua baixa solubilidade, esses hidratos precipitam-se. Esse mecanismo reorganiza completamente os componentes originais do cimento. O topoquímico, ou hidratação em estado sólido, é o segundo mecanismo. Nesse caso, as reações ocorrem na superfície dos elementos anidros do cimento sem se dissolverem. Há evidências de que o mecanismo de dissolução-precipitação é predominante nos estágios iniciais da hidratação. Nesses estágios, quando uma concentração iônica específica na solução é alcançada, os compostos anidros do cimento se ionizam e formam as fases hidratadas. Entretanto, em estágios posteriores, o mecanismo topoquímico prevalece, uma vez que a mobilidade iônica na solução é limitada (MEHTA & MONTEIRO, 2014).

Os principais produtos formados na hidratação são o silicato de cálcio hidratado (C-S-H), o hidróxido de cálcio ou portlandita ( $\text{Ca(OH)}_2$ ), a etringita (AFt) e o monossulfoaluminato de cálcio hidratado (AFm) (COSTA *et al.*, 2009). Conforme Neville e Brooks (2016) o C-S-H e o  $\text{Ca(OH)}_2$  são os produtos formados a partir da hidratação dos silicatos de cálcio  $\text{C}_3\text{S}$  e  $\text{C}_2\text{S}$ , como evidenciado nas Equações 1 e 2.



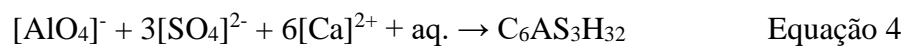
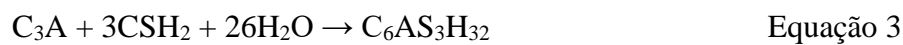
De acordo com Taylor (1997), 70% do  $\text{C}_3\text{S}$  reage em até 28 dias, e praticamente todo o restante em 1 ano. Já o  $\text{C}_2\text{S}$ , que possui reações mais tardias, tem, somente, cerca de 30% transformado em C-S-H e  $\text{Ca(OH)}_2$  nos primeiros 28 dias, chegando a aproximadamente 90% em 1 ano. Apesar disso, de acordo com Mehta e Monteiro (2014), os cálculos estequiométricos apontam que a hidratação do composto  $\text{C}_3\text{S}$  produz cerca de 61% de C-S-H e 39% de hidróxido de cálcio, enquanto o composto  $\text{C}_2\text{S}$  produz cerca de 82% de C-S-H e 18% de  $\text{Ca(OH)}_2$ .

Segundo Paulon e Kirchheim (2011), a fase C-S-H compõe de 50% a 60% o volume de sólidos em uma pasta de cimento hidratada, sendo a fase mais importante e determinante das suas propriedades mecânicas. Já os cristais de hidróxido de cálcio (CH), ou portlandita, é altamente cristalino e ocorre sob a forma de placas hexagonais e constituem 20 a 25% do volume de sólidos na pasta de cimento hidratada (FREITAS; OLIVEIRA, 2016). Sua formação pode ser afetada pela disponibilidade de espaço, pela temperatura de hidratação e pela presença de impurezas (PAULON & KIRCHHEIM, 2011). É pertinente ressaltar que a portlandita não desempenha um papel significativo na resistência mecânica do material (MEHTA & MONTEIRO, 2014).

Os aluminatos e ferroaluminatos,  $\text{C}_3\text{A}$  e  $\text{C}_4\text{AF}$ , também sofrem o processo de hidratação, assim como os silicatos, e formam produtos a partir destas reações, a etringita (AFt) e o monossulfoaluminato de cálcio hidratado (AFm) (NEVILLE; BROOKS, 2016). Entretanto, estes não contribuem de forma significativa no que diz respeito a uma característica físico-mecânica essencial para a utilização do cimento Portland na construção civil, a resistência mecânica.

A gipsita adicionada ao clínquer reage com o C<sub>3</sub>A, formando a etringita (AFt), retardando assim sua hidratação (NEVILLE; BROOKS, 2016). O uso da gipsita ocorre, pois em sua ausência o C<sub>3</sub>A passa por um processo de pega imediata no contato com a água, com formação de grandes placas de hidratos responsáveis pelo enrijecimento. Caso não se utilizasse desse expediente a pega seria muito rápida, em menos de 10 minutos, o que inviabilizaria sua utilização na maioria de suas aplicações para a construção civil (MEHTA & MONTEIRO, 2014).

O C<sub>3</sub>A ao reagir com o sulfato, forma a AFt ou etringita (C<sub>6</sub>AS<sub>3</sub>H<sub>32</sub>), conforme Equação 3, representada por Taylor (1997), ou Equação 4, mencionada por Mehta e Monteiro (2014).



Após o consumo do sulfato de cálcio e a formação dos cristais de etringita, o C<sub>3</sub>A remanescente reage com a fase AFt formada, originando o composto AFm (monossulfoaluminato de cálcio hidratado) (BISHOP, 2003). Essa reação é representada pela equação 5 (BISHOP, 2003).



## 2.2 CIMENTO ODONTOLÓGICO À BASE DE CLÍNQUER (COBC) / AGREGADO DE TRIÓXIDO MINERAL (MTA)

Segundo a literatura odontológica, o Agregado de Trióxido Mineral (MTA) é um pó fino hidrofílico desenvolvido por Mahmoud Torabinejad na Universidade de Loma Linda, na Califórnia, com o principal objetivo de manter a vitalidade pulpar, selando as áreas de comunicação do interior do dente com o exterior (CARVALHO *et al.*, 2005). Apresenta-se como um pó branco ou cinzento de fácil manipulação, assim como apresentado na Figura 5, composto basicamente por óxidos minerais e íons, os quais também são componentes dos tecidos dentários, o que confere biocompatibilidade a este material (TORABINEJAD & GOODACRE, 2006).



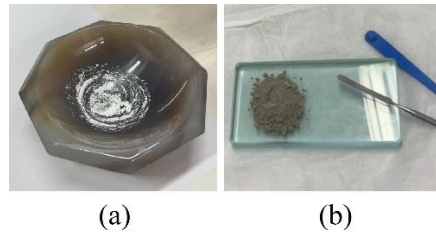


Figura 5: MTA/COBC em pó: (a) branco; (b) cinza.

O primeiro cimento hidráulico utilizado na Odontologia era uma simples mistura de cimento Portland utilizado na construção civil (CPC), com óxido de bismuto para aumentar sua radiopacidade (CAMILLERI, 2020). A radiopacidade é uma característica de extrema importância na Odontologia, pois permite que o profissional identifique, através de uma análise radiográfica, a presença do material depois de aplicado, permitindo a diferenciação desse material com a estrutura dental adjacente, sendo assim essencial para o uso dos cimentos odontológicos à base de clínquer (COBCs: denominação atribuída nesse estudo aos cimentos de MTA) na prática clínica. Seus principais componentes são o silicato tricálcico, aluminato tricálcico, silicato dicálcico, aluminato férrico tetracálcico, óxido de bismuto e resíduos insolúveis (ANGELUS, 2019).

Segundo Camilleri (2020) após o grande sucesso dos MTAs/COBCs em diversas aplicações endodônticas, direcionou-se ao desenvolvimento de estudos com o intuito de melhorar suas aplicações e propriedades, dando origem a materiais com bases aprimoradas e cada vez mais específicas para o uso na Odontologia, dentre estes o MTA/COBC, que é amplamente utilizado para obturações/reparações dentárias na prática clínica, como exemplificado na Figura 6.



Figura 6: Aplicação clínica do MTA/COBC.

O tratamento endodôntico tem como objetivo realizar a completa obturação/reparação do espaço do canal radicular (ZIELINSKI *et al.*, 2008), promovendo o máximo selamento possível das vias de comunicação entre o sistema de canais radiculares (SCR), limpos e modelados, e os tecidos circundantes (OZOK *et al.*, 2008).

Para se alcançar uma obturação/reparação de qualidade, um material obturador/reparador ortógrado ou retrógrado deve ser responsável por promover o selamento do SCR, evitando-se assim a microinfiltração (TORABINEJAD & PITT FORD, 1996). O adequado selamento permite ainda o aprisionamento de microrganismos remanescentes e também o preenchimento de áreas inacessíveis ao preparo do espaço do canal radicular (ØRSTAVIK, 1995).

Grossman (1982) listou 11 requisitos que um cimento endodôntico deve possuir para ser considerado ideal: (i) Ser pegajoso quando misturado para se obter uma adequada união com as paredes do canal após a presa. (ii) Promover o selamento hermético. (iii) Ser radiopaco, de modo a ser observado radiograficamente. (iv) As partículas do pó devem ser muito finas, de modo a permitir uma fácil mistura com o líquido. (v) Não sofrer contração pós-presa. (vi) Não promover alteração na cor do dente. (vii) Ser bacteriostático ou pelo menos inibir o crescimento bacteriano. (viii) Tomar presa lentamente. (ix) Ser insolúvel nos fluidos teciduais. (x) Ser bem tolerado pelos tecidos perirradiculares. e, (xi) Ser solúvel em solventes comuns, pois sua remoção do interior do canal radicular pode ser necessária.

Com a evolução da ciência endodôntica e com a Endodontia assumindo cada vez mais o papel de especialidade da Odontologia responsável por salvar dentes humanos (TORABINEJAD & GOODACRE, 2006), a busca pelo desenvolvimento de cimentos endodônticos que não apenas sejam bem tolerados pelos tecidos perirradiculares, mas que também apresentem efetiva biocompatibilidade, tem aumentado cada vez mais (TANOMARU-FILHO *et al.*, 2006), uma vez que biocompatibilidade é definida como “a capacidade de um material de atuar em uma aplicação específica na presença de uma resposta apropriada do hospedeiro” (WILLIAMS, 1987).

O MTA/COBC é um cimento bastante utilizado para obturação retrógrada, sendo atualmente o mais promissor, e surgiu como uma nova alternativa na busca pelo material capaz de “cicatrizsar” pós-pulpotomia e induzir a formação de tecido duro, devido seu elevado grau de biocompatibilidade com o tecido conjuntivo adjacente e tecidos mineralizados (CHIBINSKI

& CZLUSNIAK, 2003). Apresentando, assim, uma considerável capacidade de selamento, não é tóxico e não apresenta propriedades carcinogênicas. Possui propriedades antimicrobianas, sendo estas responsáveis pela capacidade de diminuir a viabilidade de microorganismos (CORREIA, 2010).

Com isso, e por conta de suas variadas propriedades, o MTA/COBC pode ainda ser aplicado com êxito em várias situações clínicas, como: perfurações e reabsorções radiculares, pulpotomia, capeamento pulpar direto, retrobturação e cirurgia parendodôntica (COSTA *et al.*, 2012). Na Figura 7 exemplifica-se seus locais de aplicações no dente.

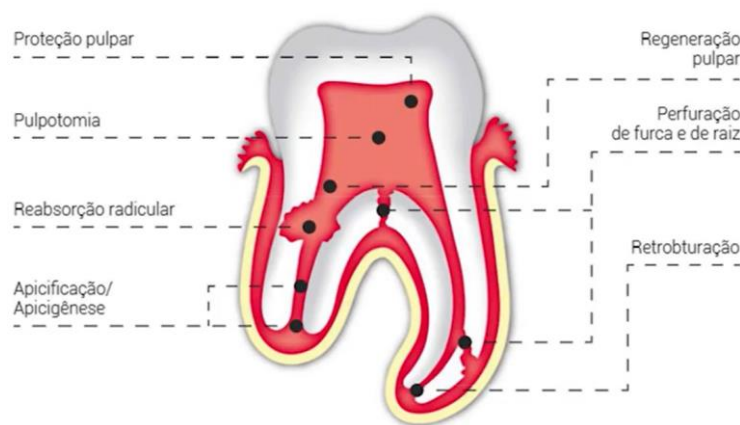


Figura 7: Principais locais de aplicações do agregado de trióxido mineral (MTA) / cimento odontológico à base de clínquer (COBC) (ANGELUS, 2016).

Angelus (2016) traz os instrumentos para aplicação de MTA, sendo estes com uma ponta extremamente delgada, próprios para utilização em procedimentos endodônticos clínicos (intracanal) e cirúrgicos, materiais esterilizáveis e com design ergonômico para facilidade de manuseio. Estes são comercializados com pontas em dois tamanhos, 0,6mm e 1,2mm de diâmetros, assim como apresentado na Figura 8, para uso em cavidades diversas.



Figura 8: Instrumento para aplicação de MTA/COBC (ANGELUS, 2016).

### 2.2.1 Processo de fabricação do MTA/COBC: um biomaterial

O MTA/COBC é definido como um biomaterial, sendo este termo atribuído a materiais que interagem com sistemas biológicos. Os biomateriais podem ser tanto naturais quanto sintéticos, vivos ou não vivos, e são frequentemente utilizados em aplicações nas áreas de saúde para aumentar ou substituir uma função natural. Eles podem ser classificados com base no seu nível de biocompatibilidade como sendo bioativos, biodegradáveis, bioinertes e/ou biotolerantes (ØDEGAARD *et al.*, 2020).

Uma outra forma também comum de classificar biomateriais utiliza como parâmetro a sua estrutura química (metal, cerâmica, polímero e compósitos) (SEYMOUR & KAUFFMAN, 1992). Assim, uma vez que o C<sub>3</sub>S e o C<sub>2</sub>S constituem em 40 a 70% e 20%, respectivamente, a composição média do clínquer, principal constituinte do MTA/COBC (ISLAM, *et al.*, 2006), esse material odontológico passa a ser classificado como um material cerâmico, mais especificamente como uma cerâmica de silicato. Nas área da saúde, materiais cerâmicos especialmente desenvolvidos para o reparo e reconstrução de partes acometidas por doenças ou danificadas do corpo são chamados de materiais biocerâmicos ou biocerâmicas (HENCH, 2015).

Inicialmente, o clínquer utilizado para a fabricação do MTA tinha como matérias-primas o calcário e a argila extraídos do meio ambiente por mineração, assim como ocorre na fabricação do cimento Portland da construção civil. Na patente do material, Torabinejad e White, inclusive, relatam a importância da seleção do solo do qual o calcário e a argila serão extraídos. Adicionalmente, os autores reforçam a importância da esterilização do material (TORABINEJAD & WHITE, 1993). Além do solo doador de calcário e argila, a contaminação do CPC pode ocorrer por meio de derivados dos combustíveis utilizados para o aquecimento do forno rotativo, como o coque de petróleo. Portanto, apesar de fabricado por processo de clinquerização a partir de matérias-primas naturais, inicialmente, a produção desse COBC exigiu que normas sanitárias rígidas fossem seguidas, além da adição de Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, um agente radiopacificador para fins de diagnóstico odontológico. A partir de uma melhor compreensão química dos constituintes do clínquer, produzido a partir de compostos naturais oriundos do calcário e da argila, a indústria odontológica passou a também produzir o clínquer a partir de óxidos e sais sintéticos, produzidos artificialmente em laboratório a partir de substâncias químicas com alto teor de pureza, o que elevou os custos de produção. Os métodos de mistura de componentes químicos sintéticos precursores de materiais

biocerâmicos mais utilizados em laboratório são a síntese por precipitação por “via úmida” (LIU *et al.*, 2008) e o método “sol-gel” (ESHTIAGH-HOSSEINI; HOUSAINDOKHT; CHAHKANDI, 2007; NATARAJAN & RAJESWARI, 2008)

O CPC pode ser produzido por dois processos: via úmida e via seca. No processo úmido, a argila e o calcário são fragmentados em moinhos e misturados com água. A pasta formada é conduzida para tanques, onde posteriormente será seca e calcinada (NEVILLE; BROOKS, 2016). No processo por “via seca” o consumo energético específico é significativamente menor, onde a matéria-prima entra no forno na forma de uma farinha muito fina (NEVILLE; BROOKS, 2016). Atualmente, no Brasil, praticamente toda a produção de cimento Portland é efetuada em fornos por via seca (KIHARA; VISEDO, 2014). Segundo um relatório do World Business Council for Sustainable Development – WBCSD (2016), apenas 2% do clínquer produzido no mundo em 2016 foi fabricado por via úmida.

Já para a produção do MTA/COBC pela indústria odontológica, na qual a quantidade produzida é muito menor que na indústria cimenteira, o clínquer geralmente é produzido por via úmida, onde todas as substâncias químicas sintéticas são misturadas previamente em água, formando a “pasta de farinha”, sendo a água removida posteriormente por evaporação. Nesse processo, para evitar a contaminação do material com derivados de combustíveis, como o coque de petróleo, utilizado nos fornos da indústria cimenteira, a clinquerização se dá em fornos elétricos de altas temperaturas (~1.400 °C), de menores dimensões; e não em fornos à combustão. Na saída do forno elétrico, o clínquer também é bruscamente resfriado. Para a produção do COBC, o processo continua após a queima, onde é realizada a adição de CaSO<sub>4</sub> em proporções adequadas e, em seguida, o mesmo é finamente moído, transformando-se em pó. O cimento Pro-Root<sup>®</sup> MTA (Dentsply, EUA) é o representante original produzido a partir da patente registrada por Torabinejad e White, em 1993. Nele, além do CaSO<sub>4</sub>, o Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> também é utilizado como agente radiopacificador. A adição de Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> na composição do MTA/COBC se dá numa proporção de uma parte de Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> para quatro partes de CPC.

Segundo Belío-Reyes e Cruz-Chavez (2009), o pó do Pro-Root<sup>®</sup> MTA (anidro) é composto de C<sub>3</sub>S (51,9%), C<sub>2</sub>S (23,2%), Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (19,8%), C<sub>3</sub>A (3,8%) e CaSO<sub>4</sub> (1,3%). Os oligoelementos detectados foram ferro (Fe), níquel (Ni), cobre (Cu) e estrôncio (Sr). De acordo com a FISPQ (Ficha de Informações de Segurança de Produto Químico) do fabricante, o Pro-Root<sup>®</sup> MTA possui em sua composição 75% de CPC, 20% de Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e 5% de CaSO<sub>4</sub> (OLIVEIRA *et al.*, 2007).

Conforme descrito anteriormente, todo o processo de produção do MTA/COBC segue normas sanitárias rígidas uma vez que esse material entra no rol dos biomateriais e produtos biotecnológicos. Assim, com o objetivo de melhorar a qualidade e a segurança na produção do MTA/COBC, as matérias-primas minerais, extraídas da natureza, podem ser substituídas por compostos sintetizados em laboratório, como o  $\text{CaCO}_3$  e os óxidos  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ . A dosagem dos compostos sintéticos também é bastante rigorosa e periodicamente controlada para garantia dos parâmetros químicos do material. As etapas relacionadas aos compostos sintetizados são: síntese em laboratório, pré-homogeneização, moagem e homogeneização, as quais permitem que a farinha, material resultante desses processos, apresente a composição química necessária, a finura adequada e uma homogeneidade apropriada. Após estes processos iniciais, a farinha passa por um complexo processo de queima no forno que traz como resultado o surgimento do clínquer, onde este, logo em seguida, é resfriado rapidamente com o objetivo de impossibilitar que as reações de transformações mineralógicas obtidas no interior do forno sejam revertidas durante o resfriamento. O clínquer resfriado é transportado para a moagem final, para atingir a finura conveniente, acrescido de  $\text{CaSO}_4$ . O agente  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ , como agente radiopacificador, é adicionado posteriormente. O MTA/COBC produzido é armazenado em recipientes de cimento a granel, onde é realizada a estocagem. A próxima etapa consiste na operação de embalagem, feita em máquinas especiais que enchem os sachês e os disponibilizam assim que alcançam a massa especificada de 1g. Em geral, o MTA/COBC é embalado em sachês multicamadas, embalagens com múltiplos revestimentos (“multifoil”), constituídas por diferentes materiais (para evitar ação da umidade sobre o cimento) e comercializado com um valor em média, nos EUA e Europa, de \$300,00 para 5g desse cimento. Embora o MTA/COBC apresente muitas propriedades favoráveis, há preocupação com o custo elevado, o que limita sua utilização em todos os níveis de atenção à saúde (OLIVEIRA *et al.*, 2007).

Com o fim da validade da patente do Pro-Root<sup>®</sup> MTA, em 2003, e com uma melhor compreensão dos constituintes do clínquer, alguns fabricantes começaram a desenvolver materiais odontológicos derivados de clínquer. Um dos primeiros cimentos reparadores derivados de MTA/COBC a surgir foi o MTA-Angelus (Angelus Ind. Prod. Odont. S/A, Londrina, Paraná, Brasil) (DUARTE *et al.*, 2003). A empresa Angelus iniciou a comercialização do MTA nacional (COBC Angelus) em 2003, na cor cinza, e em 2004, na cor branca (LEONARDO & LEONARDO, 2009). Segundo Rao *et al.*, (2009), o MTA/COBC

Angelus possui mais óxido de bismuto, comparado com o MTA Pro-Root, sendo o MTA/COBC Angelus mais radiopaco que o MTA Pro-Root.

De acordo com a FISPQ do fabricante, o MTA-Angelus possui em sua composição 80% de CPC, 20% de  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ , não possuindo  $\text{CaSO}_4$ . Ainda, segundo o fabricante, o  $\text{CaSO}_4$  não faz parte da composição do MTA-Angelus com o objetivo de reduzir o tempo de presa do cimento para 10 minutos (CAMILLERI *et al.*, 2005).

O MTA Pro-Root contém silicato dicálcico, silicato tricálcico e óxido de bismuto, além de conter menos gesso que o CPC. Os cimentos MTA Pro-Root não provocam inflamação, estes colocados em volta do cimento provocam um reparo da zona lesada (AGGARWAL *et al.*, 2013). Segundo Lourenço (2021) o cimento é uma parte do dente que atua de forma equivalente ao esmalte do dente, no entanto localiza-se abaixo da linha gengival cobrindo toda a raiz do dente.

As diferenças primordiais entre o cimento Portland e as duas formas de MTA Pro-Root, o MTA Pro-Root branco e o MTA Pro-Root cinza, são a ausência de potássio e a presença do óxido de bismuto, ou seja, o MTA é um cimento Portland purificado (PARIROKH & TORABINEJAD, 2010).

Assim como já foi relatado, o CPC, embora não seja um material de uso odontológico direto, pode-se afirmar que possui basicamente os mesmos componentes químicos do MTA/COBC (DAMMASCHKE *et al.*, 2005). No entanto, como o uso dos COBCs é específico para tratamento dentário, esses têm que passar por alguns cuidados mais específicos. Camilleri (2020) afirma que outras reações podem ocorrer com componentes do ambiente (sangue, fluido tecidual, dentina, osso, soluções irrigantes, materiais restauradores), modificando a química, principalmente na superfície, de modo que sua interação com aquele ambiente seja alterada. Esta interação ambiental pode ser de importância considerável, pois implica em uma mudança na química da superfície, bem como falha na presa e essas mudanças podem ter efeitos deletérios no material. O efeito tóxico dos materiais utilizados para terapia Endodôntica é particularmente preocupante, uma vez que pode causar degeneração dos tecidos periapicais e demora na cicatrização de situações inflamatórias ou acidentais (GOMES-FILHO *et al.*, 2009).

Um cimento odontológico ideal para procedimentos endodônticos de retrobturação deveria permanecer dimensionalmente estável e não ser afetado pela presença de umidade, ser de fácil

manipulação, ser insolúvel aos fluidos teciduais, possuir radiopacidade suficiente para facilitar sua identificação radiográfica, não ser tóxico, ser bem tolerado pelos tecidos periapicais e não interferir no processo de reparo (GARTNER & DORN, 1992).

Wucherpfenning e Green (1999) realizaram uma análise química dos elementos presentes num importante material de uso odontológico, o MTA/COBC, e em duas amostras de CPC através de um espectrômetro de fluorescência de raios – X. Os autores demonstraram que os materiais contêm os mesmos elementos químicos, exceto pelo fato de que o MTA/COBC também apresenta na sua composição do óxido de bismuto.

Camilleri *et al.* (2005) avaliaram *in vitro* o metabolismo, função e proliferação celular, de forma quantitativa e indireta, na presença de MTA/COBC e CPC. Verificou-se que a constituição química dos materiais foi similar. Ocorreu um aumento da atividade celular em 24 horas, sendo a adição de óxido de bismuto indiferente na biocompatibilidade do CPC.

### 2.3 ENSAIOS PARA VERIFICAÇÃO DAS PROPRIEDADES FÍSICO-MECÂNICAS DOS CIMENTOS

Tem-se como sendo os ensaios de tempo de presa (“pega” na construção civil), alteração dimensional e resistência à compressão, os ensaios de maior interesse para a Odontologia, em consonância com os ensaios presentes na engenharia, para análise das propriedades físico-mecânicas dos materiais em estudo. A seguir, os cimentos serão apresentados de acordo com as normas e equipamentos utilizados tanto na Odontologia quanto na engenharia, para possibilitar uma análise comparativa entre os ensaios, quando aplicável.

#### 2.3.1 Tempo de Presa/Pega

O ensaio do tempo de presa realizado na Odontologia é similar ao do tempo de pega utilizado na engenharia, visto que ambos têm como definição e objetivo, a garantia de que o cimento possua um período de tempo adequado, depois de misturado com a água, para ser aplicado antes de seu endurecimento. Essa semelhança também é confirmada pelo fato de que as expressões "tempo de presa" e "tempo de pega" são sinônimas, derivadas da tradução do termo “*setting time*”.

O tempo de pega, termo utilizado pela engenharia, é um dos principais parâmetros a serem observados na utilização de concretos, argamassas e pastas nos mais diversos tipos de empreendimentos da indústria da construção civil. Para efeitos práticos na engenharia, é



importante distinguir “pega” de “endurecimento”. Yazigi (2011) define pega como a caracterização da perda de plasticidade das pastas, argamassas e concretos de cimento; e define endurecimento como a fase subsequente ao período de pega, na qual o aglomerante passa a oferecer resistência a esforços mecânicos. Enquanto isso, na Odontologia, não é feita essa distinção entre tempo de presa e endurecimento em seus conceitos. Inclusive, alguns autores denominam tempo de “endurecimento” também como sinônimo para tempo de presa.

Outra similaridade encontrada é que os dois ensaios são realizados através da penetração de uma agulha específica na pasta cimentícia. Na engenharia, o método de resistência à penetração utilizado para determinar os tempos de início e final de pega, preconizado pela Associação Brasileira de Normas Técnicas, ABNT NBR 16607:2018 (Determinação dos tempos de pega - Materiais de Construção Civil), é o Método da agulha de Vicat. Essa norma define tempo de início de pega como o intervalo de tempo transcorrido desde o momento em que o cimento entra em contato com a água até o momento em que a agulha de Vicat penetra na pasta e estaciona a  $(6 \pm 2)$  mm da placa-base do molde-cônico, em condições normalizadas de ensaio. E define tempo de fim de pega como o intervalo de tempo transcorrido desde o momento em que o cimento entra em contato com a água até o momento em que a agulha de Vicat penetra 0,5 mm na pasta, em condições normalizadas de ensaio (ABNT, 2018).

Enquanto isso, na Odontologia, o teste para o tempo de presa realizado segue, atualmente, a adoção modificada e reafirmada em agosto de 2012 da Especificação número 57 da American National Standard Institute/ American Dental Association (ANSI-ADA) (ISO 6876:2012) para materiais obturadores/reparadores. O procedimento consiste na inserção da agulha de Gillmore no cimento e define tempo de presa como sendo o período de tempo, medido desde o início da mistura, até que o cimento endureça de acordo com os critérios e as condições descritas em sua Cláusula 5.6, isto é, o período de tempo decorrido desde o início da mistura até o momento em que as impressões, ocasionadas por essa inserção da agulha de Gillmore, deixem de ser visíveis na superfície do material (ANSI/ADA, 2012). Com base nessas considerações, pode-se constatar uma grande similaridade entre o ensaio de tempo de presa utilizado na Odontologia e o ensaio de tempo de fim de pega empregado na engenharia.

Considerando esse contexto, ao longo dos anos, foram conduzidos diversos estudos experimentais e conceituais para analisar o tempo de presa dos materiais abordados neste estudo. Algumas dessas pesquisas buscaram compreender e comparar, inclusive, os tempos de presa entre os cimentos odontológicos e os cimentos utilizados na construção civil.

De acordo com Camilleri (2005) uma das dificuldades relatadas pelos cirurgiões-dentistas ao usar o MTA/COBC é justamente por possuir um tempo de presa prolongado. Dentre as propriedades que devem ter os cimentos obturadores/reparadores, o tempo de presa deve ser adequado à intervenção clínica e o coeficiente de dilatação térmica do material compatível com o dos dentes (SANTOS *et al.*, 2008). Segundo Torabinejad *et al.* (1995) a condição ideal seria que o material endurecesse assim que fosse colocado na cavidade radicular. Essa condição permitiria estabilidade dimensional do material após a colocação e menos tempo para que um material indefinido entre em contato com tecidos vitais. Comprovando, Lee *et al.* (2004) afirmaram que fatores do ambiente bucal, como o pH ácido, podem afetar as propriedades do cimento durante a presa, sendo assim, o menor tempo de presa uma vantagem a ser considerada.

Torabinejad *et al.* (1995), afirmam que a hidratação do MTA Pro-Root, um agregado de trióxido mineral (MTA) clássico, denominado nesse estudo por cimento odontológico à base de clínquer (COBC), resulta num gel coloidal, que solidifica entre 3 a 4 horas. E, mesmo o MTA apresentando muitas propriedades favoráveis, há enorme preocupação com seu tempo de presa (OLIVEIRA *et al.*, 2007).

Santos *et al.* (2008) estudaram o tempo de presa do CER (Cimento Endodôntico Rápido), que é composto por cimento de Portland em um gel emulsificado, contendo sulfato de bário e um agente emulsificante, e o compararam com o COBC branco da Angelus®. O tempo de presa foi determinado de acordo com a Especificação nº 57 da ANSI/ADA. Os resultados demonstraram que o tempo de presa para o cimento CER foi menor (7,25 min) que o do MTA-Angelus® (14,28 min).

Parirokh e Torabinejad (2010), a partir de estudos envolvendo o MTA Pro-Root cinza, definiram como sendo o seu tempo de presa de cerca de 3 a 4 horas tendo uma força compressiva após endurecimento de cerca de 70 MPa. A presença do gesso na fórmula do MTA Pro-Root faz com que sua presa seja mais lenta (BORTOLUZZI *et al.*, 2006).

O trabalho de Deal *et al.* (2002) comparou as propriedades químicas e físicas do MTA Pro-Root cinza e do CPC cinza. O tempo de presa do MTA Pro-Root foi de 156 minutos e o do CPC de 159 minutos.

O estudo feito por Zina (2013) comparou o tempo presa dos seguintes cimentos brancos: CPC estrutural, CPC não-estrutural, MTA Pro-Root e MTA Angelus. O MTA Angelus apresentou

o menor tempo de presa ( $66,75 \pm 1,71$  minutos), enquanto que o MTA Pro-Root apresentou o maior ( $116,50 \pm 4,08$  minutos). Não foram observadas diferenças entre os CPCs branco estrutural ( $85,75 \pm 2,87$  minutos) e não estrutural ( $84,00 \pm 3,16$  minutos) (ZINA, 2013). Já no estudo de Vassen (2015) o tempo de presa encontrado para o MTA Angelus branco foi de  $38,33 \pm 2,08$  minutos, o que corresponde a uma diferença maior que 40% ao valor encontrado por Zina.

### 2.3.2 Alteração dimensional após endurecimento

Após o endurecimento total do cimento endodôntico no SCR, a manutenção de sua estabilidade dimensional é de fundamental importância, principalmente no que diz respeito ao processo de contração e de estabilidade do material junto às paredes do canal radicular, pois esse processo pode favorecer a infiltração marginal de fluidos e microrganismos (CARVALHO-JUNIOR *et al.*, 2007).

A estabilidade dimensional é a propriedade considerada imprescindível para a manutenção da obturação/reparação impermeável do SCR e está relacionada à não alteração volumétrica do material e à sua não solubilidade e desintegração diante dos fluidos teciduais periapicais (SOUSA-NETO *et al.*, 1999).

A alteração dimensional é uma propriedade crucial que deve ser levada em consideração juntamente com o tempo de presa. Alterações nessas propriedades acarretam impactos negativos sobre a capacidade do MTA/COBC em selar o ápice radicular ou reparar perfurações (WILTBANK *et al.*, 2007). A contração sofrida pelo cimento endodôntico, no decorrer de um determinado tempo, pode ser responsável pela formação de fissuras ao longo das interfaces cimento/dentina ou cimento/guta-percha (CAMILLERI; MALLIA, 2011).

O teste de alteração dimensional na Odontologia segue a adoção modificada e reafirmada em agosto de 2012 da Especificação número 57 do American National Standard Institute / American Dental Association (ANSI-ADA) (ISO 6876) para materiais obturadores/reparadores. Essa padronização estabelece que o cimento não deve apresentar uma retração linear média superior a 1% ou uma expansão superior a 0,1%. Para realizar esse ensaio, três determinações de mudança dimensional devem ser feitas, sendo comparadas as medições realizadas logo após o endurecimento do material e após 30 dias. O valor relatado é a média da variação no comprimento obtida a partir dessas três determinações (ANSI/ADA, 2012).

A alteração dimensional dos cimentos também desempenha um papel crucial na construção civil. De acordo com Bauer (2011), o cimento Portland da construção civil (CPC) possui propriedades químicas que estão intimamente relacionadas ao processo de endurecimento por hidratação. Uma das propriedades químicas relevantes do CPC é a estabilidade, que está diretamente associada à ocorrência eventual de expansões volumétricas indesejáveis após o endurecimento do concreto. Essas expansões são resultantes da hidratação da cal e da magnésia livres presentes no cimento resultando em tensões internas e possíveis danos à estrutura (BAUER, 2011).

No âmbito da construção civil nacional, o método mais comum para se avaliar a expansibilidade é a norma ABNT NBR 11582:2016 (“Cimento Portland – Determinação da expansibilidade de Le Chatelier”). Este ensaio é realizado medindo-se o afastamento entre as extremidades da agulha de Le Chatelier, nas condições a frio e a quente. A expansibilidade a frio ou a quente é calculada pela diferença entre os afastamentos das hastes das agulhas inicial (após a cura inicial) e final (após o período de cura a frio ou a quente). O resultado é a média dos valores individuais e deve ser expresso com aproximação de 0,5 mm. Esse experimento determina as tensões internas no cimento, apresentando, assim, a sua estabilidade volumétrica (ABNT, 2016).

Conforme Neville e Brooks (2016) destacam, a durabilidade adequada da pasta endurecida CPC depende da ausência de expansões indesejáveis que possam degradá-la. As reações expansivas apresentam efeitos prejudiciais sobre a matriz de cimento hidratado, podendo resultar em formação de microfissuras. No caso do CPC, essas reações acarretam o surgimento de tensões internas que têm o potencial de provocar fissuras e até mesmo a ruptura do material (NEVILLE; BROOKS, 2016).

Mesmo diante da importância dessa propriedade, ao longo dos anos, foram conduzidos poucos estudos experimentais e conceituais para analisar comparativamente a alteração dimensional dos materiais abordados neste estudo. A grande maioria dessas pesquisas buscaram mais compreender os valores de expansão e retração de cada cimento individualmente.

É válido ressaltar que, embora a alteração dimensional seja uma propriedade de grande importância, existem poucos estudos experimentais que abordam a análise comparativa da alteração dimensional entre os materiais investigados neste estudo. A maioria das pesquisas

realizadas até o momento concentrou-se em compreender os valores de expansão e retração de cada cimento individualmente.

Dois estudos analisaram o COBC branco da Angelus. No experimento de Vassen (2015) a alteração dimensional encontrada para o MTA Angelus branco foi de 0,08% para 24h e de 0,28% para 30 dias de expansão. No estudo de Schuldt (2014), a alteração dimensional do MTA Angelus branco foi de 0,05% após 24 h e 0,18% em 30 dias também de expansão.

Nos estudos realizados por Storm *et al.* (2008), ao analisarem a estabilidade dimensional do MTA Pro-Root branco, verificou-se que, após imersão em água, houve uma leve expansão do cimento. Após 24 horas, o valor médio de expansão linear do COBC Pro-Root branco foi de aproximadamente 1,02%.

Já no estudo conduzido por Zina (2013), foi realizada uma comparação da alteração dimensional após o endurecimento de diferentes cimentos brancos, incluindo o CPC estrutural, CPC não-estrutural, MTA Pro-Root e MTA Angelus. Os resultados obtidos indicaram que todos os cimentos testados apresentaram valores de alteração dimensional estatisticamente não significativos e semelhantes entre si, com uma média de  $1,00 \pm 00\%$  de alteração dimensional.

### 2.3.3 Resistência à compressão

Acredita-se que dentes tratados endodonticamente são menos resistentes às cargas mastigatórias e, portanto, mais propensos à fraturas do que os dentes vitais (SCHWARTZ & ROBBINS, 2004). Por isso, tem se buscado cimentos obturadores/reparadores capazes de aderir à superfície da dentina do canal radicular e de reforçar a estrutura dentária remanescente, contribuindo para a manutenção de a longo prazo de um dente tratado endodonticamente (SCHAFER *et al.*, 2007; ONAY *et al.*, 2009).

Torabinejad *et al.* (1995) afirma que em relação a resistência à compressão, o MTA Pro-Root apresenta inicialmente valores baixos, mas com o passar do tempo há um aumento considerável de sua resistência. Lee *et al.* (2011) observaram um contínuo aumento da resistência à compressão do MTA Pro-Root após 1, 3 e 7 dias. Isto ocorre porque o MTA/COBC apresenta compostos que demoram a hidratar-se completamente, atingindo maior resistência à compressão alguns dias após sua manipulação.

A resistência à compressão é um aspecto de elevada importância a ser considerado durante a aplicação de materiais de obturação/reparação em cavidades dentárias, uma vez que esses materiais são submetidos a cargas oclusais resultantes do contato entre os dentes, por meio da ação dos músculos elevadores da mandíbula (ORSI *et al.*, 2014). No caso específico dos COBCs aqui estudados, os valores de resistência à compressão não são de caráter crítico, uma vez que o material não entra em contato direto com as forças oclusais (ISLAM *et al.*, 2006). Para ilustrar, o MTA Pro-Root apresenta uma força compressiva de aproximadamente 70 MPa em um período de 21 dias, demonstrando valores semelhantes aos de outros materiais empregados na prática clínica odontológica (PARIROKH & TORABINEJAD, 2010).

Contudo, no âmbito da construção civil, conforme mencionado por Neville e Brooks (2016), a resistência à compressão dos cimentos é considerada como a principal propriedade a ser avaliada na qualificação do produto. A resistência à compressão é geralmente considerada como a principal propriedade a ser verificada, uma vez que os cimentos que apresentam alta resistência nessa modalidade tendem a demonstrar um desempenho geral satisfatório em relação a outras propriedades relevantes, tais como permeabilidade e durabilidade (NEVILLE; BROOKS, 2016).

A resistência à compressão do CPC é determinada em ensaio normatizado pela ABNT NBR 7215:2019 (Cimento Portland – Determinação da resistência à compressão de corpos de prova cilíndricos), que trata desde a preparação dos corpos de prova até o procedimento de ruptura. Este ensaio é bastante utilizado por ser capaz de indicar eventuais variações da qualidade de um cimento, sendo de enorme importância na construção civil por estar diretamente ligado à segurança e à estabilidade estrutural. Essa resistência à compressão é obtida em megapascal (MPa), e cada 1 MPa corresponde a uma resistência aproximada de 10 kgf/cm<sup>2</sup> (ABNT, 2019).

Os ensaios de resistência à compressão realizados em ambas as áreas apresentam semelhanças significativas, sendo a principal distinção o tamanho dos corpos de prova utilizados para os testes. Essa diferença de escala é necessária devido, principalmente, ao alto preço dos COBCs.

O ensaio de resistência à compressão dos cimentos odontológicos ocorre conforme o determinado pela especificação n.º 96 da ANSI/ADA (ISO 9917:2000), que determina a utilização de uma estufa com temperatura de 37 (± 1) °C e umidade de pelo menos 95%.

Determina ainda, que o cimento deve ser preparado de acordo com as instruções do fabricante que este deve ser suficientemente misturado para garantir que a preparação de cada amostra seja concluída a partir de uma mistura, isto é, uma nova mistura deve ser preparada para cada amostra (ANSI/ADA, 2000).

A norma especifica a aparelhagem necessária para realização do ensaio. De início pede que se divida o molde e as placas conforme mostrado na Figura 9, sendo este de dimensões internas de  $(6 \pm 0,1)$  mm de altura e  $(4 \pm 0,1)$  mm de diâmetro (ANSI/ADA, 2000).

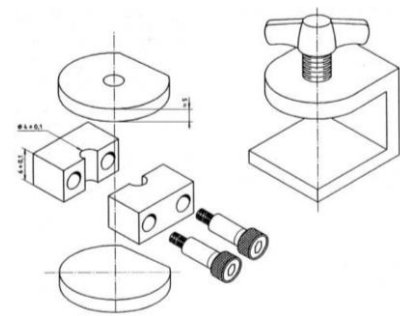


Figura 9: Molde e braçadeira para preparação de espécimes para teste de resistência à compressão na Odontologia (ANSI/ADA, 2000).

De acordo, ainda, com a especificação n° 96 da ANSI/ADA (2000) indica-se que vinte e quatro horas após o final da mistura, as amostras sejam colocadas com as extremidades planas entre as placas do testador mecânico e, assim, aplicada uma carga de compressão no eixo mais comprido da amostra. Por fim, que registre a carga aplicada quando a amostra fratura e calcule a resistência à compressão,  $C$ , em megapascals, usando a Equação 6.

$$C = \frac{4P}{\pi \times d^2} \quad \text{Equação 6}$$

Onde:

$P$  é a carga máxima aplicada em Newtons

$d$  é o diâmetro medido da amostra, em milímetros.

A tensão obtida por meio do ensaio de resistência à compressão é o resultado da relação entre a força aplicada e a área sobre a qual essa força atua. Nesse sentido, é possível estabelecer uma comparação entre o ensaio de resistência à compressão realizado na engenharia e o ensaio de resistência à compressão empregado na Odontologia, uma vez que ambos os testes permitem confirmar a capacidade do cimento de suportar uma tensão máxima antes de se

romper. Portanto, embora exista variação no tamanho dos corpos de prova, os ensaios conduzidos nas áreas de Odontologia e construção civil compartilham uma base metodológica semelhante.

Mehta e Monteiro (2014) destacam que a relação água/cimento é um dos fatores mais significativos que afetam não apenas a resistência mecânica, mas também outras propriedades do concreto. No entanto, no caso dos cimentos odontológicos, os ensaios de resistência à compressão não seguem um valor de relação água/cimento específico. Esses ensaios são conduzidos de acordo com as especificações dos fabricantes, que indicam a quantidade de água destilada que será misturada ao MTA/COBC.

Em estudos anteriores sobre o COBC PI, Torabinejad *et al.* (1995) encontraram valores de resistência à compressão para o Pro-Root MTA cinza, de 40,0 MPa após 24 horas, aumentando para 67,3 MPa após 21 dias de hidratação, seguindo as especificações do fabricante.

No caso do COBC PII, Alzraikat *et al.* (2016) realizaram análises e encontraram uma resistência à compressão para o Pro-Root MTA branco de 45 MPa após 24 horas, aumentando para 95 MPa após 28 dias. Em outro estudo conduzido por Dawood *et al.* (2015), a resistência foi medida em 46,4 MPa após 1 dia para o mesmo cimento.

Quanto ao COBC AII, Schuldt (2014) obteve uma média de resistência à compressão de 27,75 MPa após 24 horas para o MTA Angelus branco. Vassen (2015) também encontrou uma média de 27,87 MPa para o mesmo cimento, também após 24 horas de hidratação, de acordo com as especificações do fabricante.

## 2.4 ENSAIOS UTILIZADOS PARA AVALIAÇÃO DA MICROESTRUTURA DOS MATERIAIS

Neste item, serão apresentadas descrições de algumas técnicas utilizadas para a caracterização dos cimentos.

### 2.4.1 Espectrometria por fluorescência de raios-X (FRX)

A técnica de espectrometria por fluorescência de raios-X utilizada neste estudo é não destrutiva e permite a identificação dos elementos químicos presentes em uma amostra com número atômico  $Z$  igual ou superior a 12, por meio dos raios-X característicos desses elementos. A técnica baseia-se no princípio de que quando o material absorve o raio-X ele



fica com seus átomos ionizados, gerando uma radiação fluorescente. No contexto dos cimentos, essa técnica fornece uma estimativa da composição química do material em termos de óxidos.

Nos estudos de Osiro, Kariuki e Gathece (2018) foram realizadas comparações entre o CPC cinza e Pro-Root MTA cinza, através de resumos descritivos, bem como os resultados da ANOVA dos constituintes principais dos materiais analisados usando FRX. Para o CPC cinza foram obtidos na análise os seguintes compostos principais: CaO (59,5%), SiO<sub>2</sub> (25,65%), Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (5,49%), Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (3,49%), K<sub>2</sub>O (1,65%), SO<sub>3</sub> (1,53%) e MgO (1,22%). Para o Pro-Root MTA cinza foram obtidos na análise os seguintes compostos principais: CaO (46,07%), Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (24,72%), SiO<sub>2</sub> (19,02%), Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (2,65%), SO<sub>3</sub> (4,27%), K<sub>2</sub>O (0,16%), Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (0,14%) e MgO (0,00%). Como resultado, o teste de Tukey não apresentou diferença estatisticamente significativa entre o CPC cinza e o Pro-Root MTA cinza, exceto para Bi ( $p < 0,0001$ ) (OSIRO; KARIUKI; GATHECE, 2018).

No trabalho de Barros *et al.* (2012) os autores analisaram o MTA Angelus branco através da técnica de FRX e obtiveram na análise: CaO (64,94%), SiO<sub>2</sub> (15,85%), Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (15,64%), Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (3,00%) e Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (0,03%). No estudo de Rocha *et al.* (2015) foram obtidos: CaO (52,49%), SiO<sub>2</sub> (21,07%), Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (16,50%), Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (3,47%), Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (0,96%), MgO (0,67%), Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (0,36%), TiO<sub>2</sub> (0,18%), P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> (0,11%) e K<sub>2</sub>O (0,021%) e perda ao fogo de 8,56%.

#### 2.4.2 Difração de Raios-X (DRX)

A difração de Raios-X é umas das principais técnicas de análise microestrutural dos materiais permitindo identificar as fases cristalinas de uma amostra e avaliar o amorfismo, com isso é largamente utilizada em análises de fases cristalinas do clínquer ou cimento. A técnica permite determinar a composição mineralógica dos sólidos cristalinos presentes em um material.

Ou, Ma e Jian (2011) utilizaram a técnica de análise DRX para determinar os compostos presentes no cimento não hidratado e os produtos de hidratação de pastas de CPC cinza com 1h, 4h, 6h, 8h, 10h, 12h, 1d, 3d, 28d de hidratação. Sendo o resultado conforme a Figura 10.

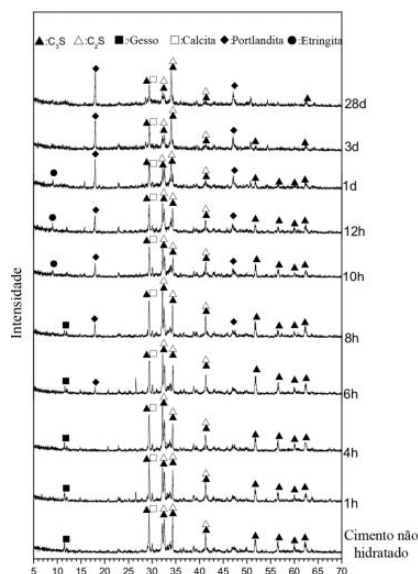


Figura 10: Resultado de DRX para pastas de CPC com 1h, 4h, 6h, 8h, 10h, 12h, 1d, 3d, 28d de hidratação. (OU; MA; JIAN, 2011).

Através da técnica de difração de raios - DRX, os autores encontraram a presença de etringita e CH nas amostras, bem como as alterações de gesso nas horas iniciais. Além disso, os autores destacaram que fases com baixo grau de cristalinidade, tais como C-S-H e monossulfato, não foram detectadas pelo método. Com isso, podemos destacar que a técnica, em conjunto com outros métodos, pode ser utilizada para verificar a mudança de fase em pastas, principalmente quando esta mudança é decorrente de fatores químicos (OU; MA; JIAN, 2011). A técnica foi aplicada nesta pesquisa para identificação das fases cristalinas dos cimentos anidros e das pastas de cimento, de forma qualitativa.

Abigailt *et al.* (2016) compararam através da técnica de DRX o MTA Angelus branco e um CPC branco em suas fases anidras. A análise das fases do MTA-A e do CP-B indica que elas são compostas principalmente por três fases semelhantes: silicato dicálcico «C2S» com as maiores reflexões de ângulos  $2\theta$ : 32,07, 32,2, 32,62 e 34,41; silicato tricálcico «C3S» com picos mais elevados a 29,35, 32,19, 34,35 e 41,29; e a última fase, aluminato tricálcico «C3A» com picos mais altos em 33,16, 47,62 e 59,27. A bismita com ângulos  $2\theta$  em 26,92, 27,37 e 33,03 foi detectada apenas em MTA-A; ao contrário, sulfato de cálcio na forma de gesso foi detectado em CP-B, com reflexões mais pronunciadas em 11,64, 20,73 e em 43,47 (ABIGAILT *et al.*, 2016).

Mahmoud *et al.* (2022) compararam 5 tipos diferentes de cimentos hidráulicos à base de silicato de cálcio (CSC): CPC branco, Pro-Root MTA branco, MTA branco Angelus, Biodentine e Endosequence. Na análise de difração de raios X (DRX), observou-se que as

amostras de cimento anidros e hidratados, testes neste estudo, foram compostas principalmente por silicato tricálcico ( $\text{Ca}_3\text{SiO}_5$ ), silicato dicálcico ( $\text{Ca}_2\text{SiO}_4$ ) e aluminato tricálcico ( $\text{Ca}_3\text{Al}_2\text{O}_6$ ), que são os principais compostos presentes no CPC branco. Os radiopacificadores foram detectados apenas nos cimentos de silicato de cálcio (CSCs) dentais, tanto na sua forma anidra quanto hidratada. Em contraste, uma estrutura cristalina de óxido de bismuto foi identificada no Pro-Root MTA branco e MTA branco Angelus, enquanto que o cimento Portland branco não apresentava óxido de bismuto, óxido de zircônio ou óxido de tântalo. Além disso, uma análise de difração de raios-X (DRX) indicou a presença de hidróxido de cálcio anidro  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  apenas no cimento Portland branco, sendo que este composto estava ausente nos demais CSCs anidros analisados. No entanto, o hidróxido de cálcio  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  foi encontrado em todos os CSCs hidratados, incluindo o CPC branco. Após a hidratação, as principais fases de silicato tricálcico, silicato dicálcico e aluminato tricálcico foram identificadas nos mesmos locais que os CSCs anidros (MAHMOUD *et al.*, 2022).

Islam *et al.* (2006) compararam os componentes majoritários presentes nos cimentos Pro-Root MTA cinza, Pro-Root MTA branco, CPC cinza e CPC branco por meio de difração de raios-X. Os principais componentes identificados nos cimentos foram silicato tricálcico, silicato dicálcico, aluminato tricálcico e ferroaluminato tetracálcico com a presença adicional de  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  nos cimentos Pro-Root MTA cinza e branco. Os autores concluíram que nos cimentos estudados possuem composição química semelhantes. Sugeriram, ainda, que os dados obtidos do CPC podem ser utilizados para modificações no cimento Pro-Root MTA, com o intuito de melhorar suas características físicas e ampliar sua aplicação clínica.

Nos estudos de Osiro, Kariuki e Gathece (2018) foram realizadas comparações entre o CPC cinza e MTA Pro-Root cinza mostrando os padrões de difração de raios-X com picos semelhantes de  $\text{C}_2\text{S}$  e  $\text{C}_3\text{S}$  em ambos os materiais. Eles também mostram picos de  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  exclusivos do MTA Pro-Root cinza (OSIRO; KARIUKI; GATHECE, 2018). Já Rocha *et al.* (2015), analisaram o MTA Angelus branco e obtiveram como resultado a presença de calcita e larnita, além da presença da bismita, vesuvianita e bassanita.

#### 2.4.3 Granulometria por raio laser

A utilização da técnica de espalhamento de luz vem sendo bastante utilizada em função da simplicidade operacional, reprodutibilidade e por permitir a medição de partículas com tamanhos nanométricos até milimétricos (FLORÊNCIO & SELMO, 2006).

Os estudos de Camilleri *et al.* (2005) e de Dammaschke *et al.* (2005) convergiram em suas análises em relação à comparação da granulometria do MTA Pro-Root branco e do CPC branco. Os resultados mostraram que o CPC apresentou partículas de tamanho maior em comparação com o MTA Pro-Root, que apresentou partículas uniformes e menores. Os autores afirmaram que, embora os dois produtos sejam similares, eles não são idênticos, e estudos adicionais são necessários para um melhor entendimento de como eles diferem.

Em relação ao tamanho das partículas entre os MTA Pro-Root cinza e branco, Lee *et al.* (1993) relataram que o tamanho das partículas do MTA Pro-Root cinza varia entre 1 a 10  $\mu\text{m}$ , enquanto Camilleri *et al.* (2005) referiram que o MTA Pro-Root branco tem partículas inferiores a 1  $\mu\text{m}$  podendo, no entanto, algumas alcançar até 30  $\mu\text{m}$ . No entanto, a análise de Parirokh e Torabinejad (2010) mostrou que o tamanho dos cristais de MTA Pro-Root cinza é cerca de duas vezes superior ao tamanho dos cristais de MTA Pro-Root branco.

### 3 PROGRAMA EXPERIMENTAL

Este capítulo tem por finalidade explicitar o programa experimental apresentando, inicialmente, os materiais a serem utilizados na pesquisa e, posteriormente, as técnicas realizadas para a sua caracterização. Em seguida, será apresentado o ensaio de tempo de presa e o ensaio de resistência à compressão a 1 dia de hidratação e, por fim, uma caracterização por DRX das seis pastas de cimento obtidas a 1 dia de hidratação, a fim de uma análise mais detalhada da microestrutura destes materiais.

#### 3.1 MATERIAIS

Para a realização do programa experimental e para atender aos objetivos da pesquisa, serão utilizados seis tipos de cimentos cerâmicos à base de clínquer, sendo dois cimentos Portland da construção civil (CPCs) e quatro cimentos odontológicos à base de clínquer (COBCs).

Esses cimentos serão categorizados em dois grupos distintos, a saber: um grupo composto por três cimentos de tonalidade cinza e outro grupo composto por três cimentos de tonalidade branca. A seguir, são apresentados os grupos e os respectivos tipos de cimentos que serão objeto de estudo:

##### GRUPO 1 (cinza):

- CPC I: Cimento Portland V-ARI cinza (Tocantins/Votorantim)
- COBC PI: MTA Pro-Root cinza (Dentsply Sirona)
- COBC AI: MTA Angelus cinza (Angelus)

##### GRUPO 2 (branco):

- CPC II: Cimento Portland branco (Axton)
- COBC PII: MTA Pro-Root branco (Dentsply Sirona)
- COBC AII: MTA Angelus branco (Angelus)

##### 3.1.1 CPC I: Cimento Portland V - ARI cinza

O CPC escolhido para esta pesquisa foi o cimento Portland CP-V ARI. Esta escolha foi baseada por disponibilidade no mercado e pureza em termos de teor de clínquer e menor teor de substituição, conforme NBR 16697 (ABNT, 2018).

O cimento utilizado na pesquisa foi fornecido pelo fabricante Montes Claros, do grupo HOLCIN, em sacos de 40 Kg, de um mesmo lote e especificado. Este cimento possui em sua composição a soma de clínquer e sulfatos de cálcio variando nos teores de 90 a 100% e teor variando de 0 a 10% de material carbonático, conforme limites de composição em massa apresentados na NBR 16697 (ABNT, 2018).

A princípio, as caracterizações dos CPCs foram realizadas no Laboratório de Materiais de Construção da Universidade de Brasília – LEM-UnB. Na Tabela 4 estão apresentadas as características do CPC I.

Tabela 4: Caracterizações físicas e mecânicas do cimento CPC I.

Característica determinada para CPC I	Local do ensaio	Método do ensaio	Resultado	Limites: NBR 16697
Massa específica (g/cm <sup>3</sup> )	LEM	NBR NM 23 (ABNT, 2000)	2,97	-
Finura - Resíduo na peneira 75 µm (%)	LEM	NBR 12826 (ABNT, 2014)	4,2	≤ 6,0
Tempo de Início de Pega (h:min)	LEM	NBR 16607	112 min	≥ 60
Tempo de Fim de Pega (h:min)	LEM	(ABNT, 2017)	163 min	≤ 600
Perda ao Fogo (PF)	LEM	NM 18/12	6,10%	≤ 6,5%
	1 dia	LEM	17,1	≥ 14,0
Resistência à Compressão (MPa)	3 dias	LEM	25,3	≥ 24,0
	7 dias	LEM	34,4	≥ 34,0
	28 dias	LEM	40,6	-

### 3.1.2 COBC PI: MTA Pro-Root cinza (Dentsply Sirona)

O COBC internacional cinza selecionado para integrar esta pesquisa foi o MTA Pro-Root cinza, fabricado pela empresa americana Dentsply Sirona. Esse cimento é disponibilizado comercialmente em uma embalagem que contém 5 sachês de 1g de cimento e 6 ampolas de água destilada, conforme ilustrado na Figura 11.

Para os propósitos desta pesquisa, foram adquiridas duas embalagens, totalizando 10g de cimento, divididos em 10 sachês de 1g cada. A escolha desse cimento se deu pelo fato de ser o pioneiro na área odontológica como um COBC cinza que mais se assemelha à composição

de um genuíno CPC cinza, e ser amplamente utilizado como referência em estudos que avaliaram COBCs.



Figura 11: Conteúdo presente no interior da caixa do COBC PI.

### 3.1.3 COBC AI: MTA Angelus cinza (Angelus)

O COBC nacional cinza selecionado para esta pesquisa foi o MTA Angelus Cimento Reparador na cor cinza, fabricado pela renomada empresa nacional Angelus. A empresa Angelus patrocinou o estudo fornecendo 25g do referido cimento, que foram utilizados nas análises. A escolha desse cimento foi baseada na sua ampla disponibilidade no mercado nacional, bem como no fato de ser o MTA mais utilizado e estudado na área odontológica do país.

De acordo com a fabricante Angelus (2019), em seu perfil técnico científico, o MTA Angelus é um material para reparação da raiz dental composto de silicato tricálcico, silicato dicálcico, aluminato tricálcico, óxido de cálcio e óxido de bismuto (MTA cinza). A aluminoferrita tetracálcica é o constituinte responsável pela cor do MTA cinza da Angelus. Todas as propriedades de ambos os MTAs/COBCs, cinza e branco, são exatamente as mesmas. O óxido de cálcio é adicionado aos MTAs/COBCs para reduzir os seus tempos de presa, que são muito maiores nos cimentos MTAs/COBCs de outras marcas (ANGELUS, 2019).

### 3.1.4 CPC II: Cimento Portland branco (Axton)

O CPC branco selecionado para esta pesquisa foi o cimento Portland branco estrutural da marca Axton. Essa escolha foi realizada com base na disponibilidade do produto no mercado, considerando a diminuição da comercialização de CPCs brancos, bem como em sua pureza em termos de teor de clínquer e menor teor de substituição, conforme especificado na norma NBR 16697 (ABNT, 2018).

O CPC estrutural branco foi fornecido pela fabricante Axton, sendo um cimento de alta qualidade, com alta resistência e de rápido endurecimento do tipo Portland 40 (CPB40), em

sacos de 15 Kg, de um mesmo lote e especificado. Este cimento possui em suas especificações uma perda ao fogo inferior a 5%, um início de pega maior que 45 minutos, uma expansibilidade maior que 10 minutos, além de uma resistência aos 28 dias a partir dos 60MPa.

As características determinadas do CPC II também foram realizadas no Laboratório de Materiais de Construção da Universidade de Brasília – LEM-UnB e estão apresentadas na Tabela 5.

Tabela 5: Caracterizações físicas e mecânicas do cimento CPC II.

Característica determinada para CPC II	Local do ensaio	Método do ensaio	Resultado	Limites: NBR 16697
Massa específica (g/cm <sup>3</sup> )	LEM	NBR NM 23 (ABNT, 2000)	2,93	-
Finura - Resíduo na peneira 45 µm (%)	LEM	NBR 12826 (ABNT, 2014)	9,62	≤ 12,0
Tempo de Início de Pega (h:min)	LEM	NBR 16607 (ABNT, 2017)	86 min	≥ 60
Tempo de Fim de Pega (h:min)	LEM	NBR 16607 (ABNT, 2017)	139 min	≤ 600
Perda ao Fogo (PF)	LEM	NM 18/12	10,60%	≤ 12,0%
	1 dia	LEM	24,3	-
Resistência à Compressão (MPa)	3 dias	LEM	34,0	≥ 15,0
	7 dias	LEM	47,1	≥ 25,0
	28 dias	LEM	72,9	≥ 40,0

### 3.1.5 COBC PII: MTA Pro-Root branco (Dentsply Sirona)

O COBC internacional branco selecionado para a síntese deste estudo foi o MTA Pro-Root branco fabricado pela empresa americana Dentsply Sirona. Este cimento é comercializado em embalagens de 5 sacos de 1g de cimento e embalagens de 6 ampolas de água destilada conforme ilustrado na Figura 12.

A escolha deste cimento baseou-se no fato de ter sido o primeiro cimento branco à base de clínquer utilizado no mundo. É referência na Odontologia, e também foi útil para o uso do cimento na prática odontológica.





Figura 12: Conteúdo presente no interior da caixa do COBC PII.

### 3.1.6 COBC AII: MTA Angelus branco (Angelus)

Para este estudo, foi selecionado o COBC nacional branco, MTA Angelus Cimento Reparador branco fabricado pela renomada empresa Angelus. A empresa generosamente patrocinou a pesquisa, fornecendo 25g do cimento que foram utilizados nas análises realizadas. A escolha criteriosa desse cimento levou em consideração sua ampla disponibilidade no mercado nacional, além de ser o MTA/COBC mais utilizado e estudado no campo da Odontologia no país.

De acordo com a fabricante Angelus (2019), em seu perfil técnico científico, o MTA Angelus é um material para reparação da raiz dental composto de silicato tricálcico, silicato dicálcico, aluminato tricálcico, óxido de cálcio e tungstato de cálcio. Na confecção do MTA/COBC branco, a aluminoferrita é removida durante o processo (ANGELUS, 2019).

## 3.2 METODOLOGIA EXPERIMENTAL

A Figura 13 apresenta as etapas do trabalho realizado que será dividido em três fases, (1) caracterização, através de ensaios de avaliação da microestrutura dos cimentos anidros, (2) avaliação do tempo de presa dos cimentos e das propriedades mecânicas, através do ensaio de resistência à compressão das pastas com 1 dia de hidratação, e (3) avaliação da microestrutura das pastas de cimento à base de clínquer estudados com 1 dia de hidratação, por meio da técnica de difração de raios X (DRX).

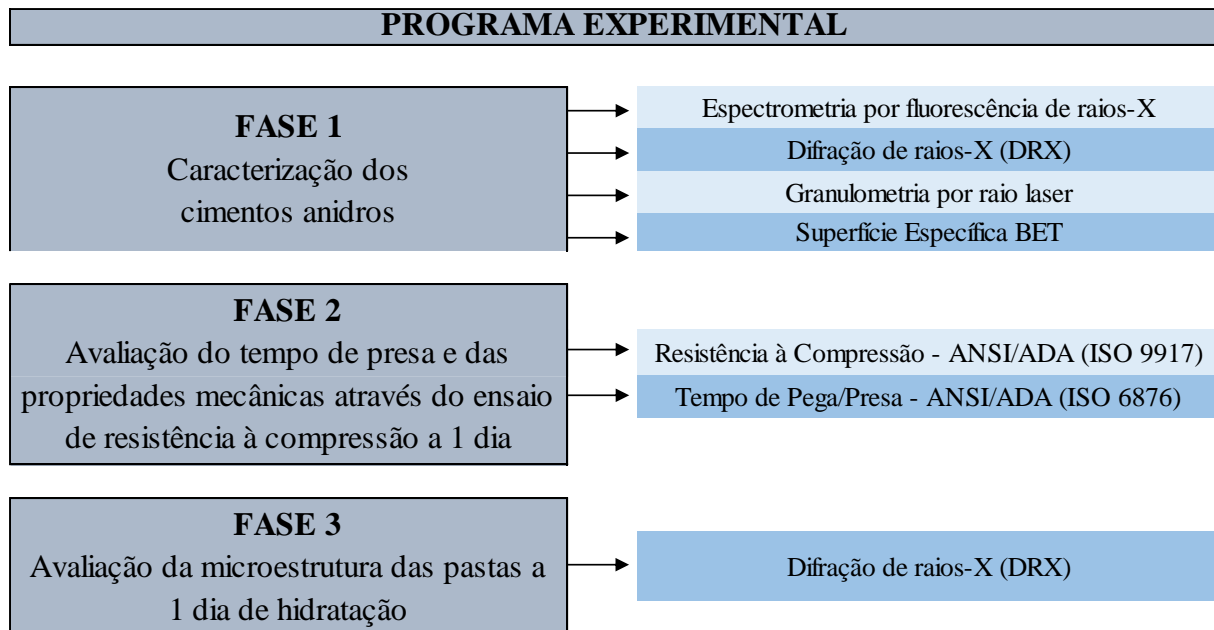


Figura 13: Fluxograma do programa experimental

### 3.2.1 FASE 1: Caracterização dos Cimentos Anidros

Esta etapa tem como objetivo a caracterização dos materiais, através de ensaios de avaliação da microestrutura nos cimentos em sua fase anidra. Os ensaios serão: Espectrometria por fluorescência de raios-X, Difração de raios-X (DRX), Granulometria por raio laser e Superfície específica BET. Essa caracterização fornece resultados, com informações fundamentais das características químicas, mineralógicas e físicas dos materiais, para análises dos dois CPCs e dos quatro COBCs, e posteriores comparações, assim como servirão de fundamento para o entendimento da mudança microestrutural das pastas.

Nesta etapa, o objetivo é realizar a caracterização dos materiais por meio de ensaios que avaliarão a microestrutura dos cimentos em sua fase anidra. Os ensaios a serem realizados incluem espectrometria por fluorescência de raios-X, difração de raios-X (DRX), granulometria por raio laser e determinação da superfície específica BET. Essa caracterização proporcionará resultados com informações fundamentais sobre as características químicas, mineralógicas e físicas dos materiais, permitindo a análise dos dois CPCs e dos quatro COBCs, bem como comparações subsequentes. Além disso, esses resultados servirão como base para compreender as alterações microestruturais nas pastas dos cimentos.

### 3.2.1.1 Espectrometria por fluorescência de raios-X

Para os ensaios de Fluorescência de Raios-X (FRX), as amostras foram submetidas a um processo de secagem a vácuo a uma temperatura de 105°C até atingirem uma massa constante. Além disso, foi conduzido o ensaio de determinação de perda ao fogo, seguindo a norma brasileira ABNT NM 18 - Cimento Portland - Análise química - Determinação de perda ao fogo (2012). Esse ensaio desempenha um papel importante ao avaliar a quantidade de material volátil presente nas amostras, contribuindo para uma análise mais precisa dos elementos químicos presentes nos cimentos estudados.

A caracterização química de cada uma das amostras é apresentada em tabelas que fornecem os percentuais (%) dos óxidos encontrados em cada cimento cerâmico à base de clínquer. As tabelas destacam os óxidos presentes em cada cimento, fornecendo informações valiosas sobre a sua composição química específica.

Dessa maneira, a técnica foi aplicada inicialmente em todos os materiais cimentícios investigados, desempenhando um papel fundamental ao identificar os aspectos que demandam maior atenção em outras técnicas ou análises mais detalhadas. Em seguida, os cimentos foram analisados individualmente dentro de seus respectivos grupos, permitindo uma comparação precisa de cada amostra.

O ensaio foi realizado no Laboratório de Geocronologia da UnB. O equipamento utilizado foi o espectrômetro de fluorescência de Raios-X Shimadzu EDX 720, fonte de raios-X SST-MAX, com saída de 4kW, operado a 160 mA. No entanto, devido à disponibilidade limitada de material dos cimentos odontológicos nesta pesquisa, a quantidade necessária de 10g para o ensaio de fluorescência de raios-X tornou inviável a sua realização, uma vez que essa foi a quantidade máxima obtida para os cimentos odontológicos MTA Pro-Root: COBC PI e COBC PII. O molde comumente utilizado para o ensaio tem 4cm de diâmetro, conforme apresentado na Figura 14.



Figura 14: Molde comumente utilizado para realização do ensaio de FRX.

Devido à limitação na quantidade de material disponível, não seria viável realizar o ensaio de fluorescência de raios-X com o molde usual que requer 10g de cimento, uma vez que pretendia-se utilizar a quantidade obtida de cimento odontológico em outros ensaios. Assim, foi necessário desenvolver um novo molde para a confecção de pastilhas com dimensões reduzidas, a fim de viabilizar o ensaio. Inicialmente, um molde de alumínio com 2 cm de diâmetro foi fabricado, permitindo a utilização de apenas 2,5 g de material na preparação das pastilhas. O molde de alumínio confeccionado pode ser visualizado na Figura 15.

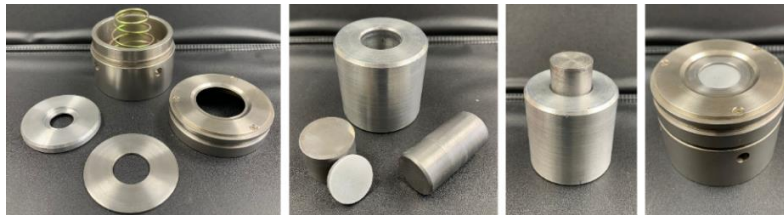


Figura 15: Molde de alumínio desenvolvido para realização do ensaio de FRX.

No método de fluorescência de raios-X, as intensidades dos raios X característicos emitidos pelos átomos dos elementos presentes na amostra são medidas. Esses raios X característicos são gerados quando a amostra é irradiada com partículas como elétrons, prótons ou íons, que podem ser produzidos em aceleradores de partículas ou por meio de ondas eletromagnéticas (JÚNIOR, 2007).

A partir disso, o molde de alumínio desenvolvido anteriormente sofreu desgaste e não suportou a realização do ensaio. Devido ao desgaste ocorrido no molde de alumínio, inviabilizando sua utilização no ensaio, foi necessário confeccionar um novo molde com um material mais resistente. Esse novo molde foi projetado de modo que tanto o corpo do molde quanto a base e o pistão fossem fabricados em aço, visando assegurar maior resistência durante a realização do ensaio, como ilustrado na Figura 16.



Figura 16: Molde de aço desenvolvido para realização do ensaio de FRX.

O molde de aço foi escolhido devido à sua resistência e durabilidade, o que garantiu a realização bem-sucedida do ensaio. Além disso, a necessidade de uma quantidade reduzida de

2,5g de material tornou o ensaio mais viável, permitindo a análise dos seis tipos de cimento estudados neste trabalho.

### 3.2.1.2 Difração de raio-X (DRX)

Os ensaios, executados tanto no estado anidro dos materiais como nas pastas de cimento, foram realizados no Laboratório de Geologia da UnB. O equipamento de difração de raio-x utilizado foi Geigeflex T / Max RIGAKU, difratrômetro do laboratório de Difração de raio-x do Instituto de Geociências da Universidade de Brasília operando com um tubo de cobre e um filtro de níquel a 40 KV e 20 mA. Sua varredura variou de 2° a 60° velocidade em 5° por minuto.

Inicialmente, para a preparação das amostras, utilizou-se os moldes convencionais comumente empregados nesse tipo de ensaio. Foram preenchidos os moldes com o cimento Portland da construção civil cinza e branco (CPC I e CPC II) como ensaios pilotos, conforme ilustrado na Figura 17.

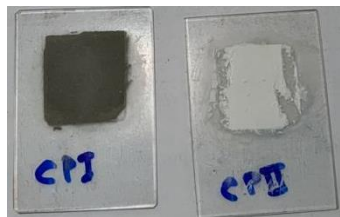


Figura 17: Cimentos anidros na lâmina usual (CPC I e CPC II).

Como resultado, verificou-se que não seria viável realizar todos os ensaios de DRX nos COBCs devido à quantidade limitada de material disponível e ao seu alto custo no mercado. Diante dessa limitação, foi necessário buscar um método alternativo de ensaio. Assim, optou-se por testar as amostras em lâminas reflexivas, conforme ilustrado na Figura 18. Esse método requer uma quantidade reduzida de cimento para preencher uma pequena semiesfera no centro da lâmina. Esse método, empregado especificamente para viabilizar a aplicação do ensaio nos COBCs, foi denominado como Método 1.



Figura 18: Parte frontal da lâmina reflexiva utilizada no Método 1.

Em seguida, procedeu-se à comparação dos difratogramas obtidos a partir das lâminas convencionais com aqueles gerados a partir do uso das lâminas reflexivas, a fim de avaliar se haveria alguma perda significativa de informações ao utilizar uma quantidade reduzida de cimento. Após a análise comparativa dos difratogramas, descrita nos resultados do capítulo 4, constatou-se a ausência de alguns picos evidentes nas amostras testadas com as lâminas reflexivas.

Com base na observação do ensaio, conforme mostrado na Figura 19, buscou-se encontrar uma abordagem intermediária que permitisse a realização dos ensaios de DRX, considerando a quantidade limitada de material disponível e a obtenção de resultados mais eficientes nos difratogramas. Nesse sentido, foi desenvolvida uma nova técnica, denominada Método 2, para a análise neste estudo. Nesse método, a lâmina reflexiva foi utilizada com uma quantidade maior de cimento, aplicado na forma de um filete que preenchesse completamente a área exposta pelo emissor dos raios-X na parte traseira da lâmina, como ilustrado na Figura 20.



Figura 19: Realização do ensaio de DRX.



Figura 20: Método 2 - parte traseira da lâmina reflexiva com preenchimento do cimento em filete.

Após a análise comparativa dos difratogramas gerados pelos três métodos testados, conforme apresentados nos resultados do capítulo 4, foi observado que os picos característicos obtidos no Método 2 apresentaram semelhança com os da lâmina convencional, mesmo com a utilização de uma quantidade de cimento até três vezes menor. Diante dessa constatação, o Método 2 se mostrou semelhante ao método convencional e demonstrou superioridade em relação ao Método 1. Essa descoberta revela que o método desenvolvido pode ser considerado

uma alternativa viável para a análise de COBCs, fornecendo resultados comparáveis mesmo com uma quantidade reduzida de material.

### *3.2.1.3 Granulometria por Raio Laser*

A análise granulométrica por raio laser é uma técnica amplamente utilizada na determinação da distribuição de tamanho de partículas em amostras em pó. Essa abordagem se destaca por sua rapidez, abrangência e alta confiabilidade na obtenção de dados. No contexto deste estudo, essa informação é crucial para a comparação dos seis tipos de cimentos e, principalmente, para uma análise mais precisa das similaridades e diferenças entre os CPCs e os COBCs.

O ensaio foi realizado no Laboratório de Materiais Cerâmicos da Universidade Federal do Rio Grande do Sul (LACER/UFRGS). O equipamento utilizado foi um Granulômetro da Marca CILAS 1064 que permite determinar a distribuição granulométrica do material analisado com granulometria variando de  $0,04\mu\text{m}$  até  $500\mu\text{m}$  e utilizado como meio dispersor a água. O meio dispersante foi o álcool (99,8%). As amostras consistiram no material em pó e não demandaram preparação especial, sendo pesadas e colocadas no equipamento para leitura.

### *3.2.1.4 Superfície Específica BET*

Esta é uma técnica baseada em uma teoria matemática com o objetivo de descrever a adsorção física de moléculas de gás hidrogênio sobre uma superfície sólida e serve como base para análise e medição da área superficial específica de um material. Conforme descrito por Hoppe *et al.* (2017), o método BET vai além da medição da superfície externa das partículas, abrangendo também a avaliação da superfície interna dos poros abertos e interconectados. O resultado obtido por meio do ensaio BET é expresso em metros quadrados por grama ( $\text{m}^2/\text{g}$ ), representando a área superficial específica do material.

A distribuição granulométrica de um cimento está diretamente relacionada à sua superfície específica. Quanto maior for a superfície específica do cimento, mais rápida será a velocidade das reações de hidratação (COSTA, 2013). Consequentemente, uma maior superfície específica do material pode ser um indicativo de sua finura e menor tamanho de partículas, especialmente quando essa informação é corroborada por outras técnicas, como a granulometria por raio laser.

O ensaio de superfície específica BET foi conduzido utilizando o equipamento Nova Station A, seguindo a norma ASTM C1069 (2014), no Laboratório de Materiais Cerâmicos da Universidade Federal do Rio Grande do Sul (LACER/UFRGS). O gás utilizado foi o Nitrogênio, a temperatura foi mantida em 77,350K e a análise teve duração de 65 minutos.

### 3.2.2 FASE 2: Avaliação do tempo de presa e das propriedades mecânicas através do ensaio de resistência à compressão a 1 dia

Esta etapa tem como objetivo a avaliação dos tempos de presa dos materiais e a análise de propriedades mecânicas, através do ensaio de resistência à compressão a 1 dia de hidratação. Os ensaios presentes na Fase 2 ocorreram de acordo com as normas da Odontologia, devido ao alto custo dos COBCs, que acarreta limitações quanto a quantidade de material disponível para a pesquisa e inviabiliza a realização dos ensaios nos laboratórios de engenharia. Esses ensaios foram conduzidos para realizar uma análise comparativa entre os materiais estudados, considerando os parâmetros estabelecidos pela Odontologia.

Esta fase tem como objetivo principal a avaliação dos tempos de presa dos materiais e a análise de suas propriedades mecânicas através do ensaio de resistência à compressão após 1 dia de hidratação. É importante ressaltar que os ensaios realizados nesta fase seguiram as normas específicas da Odontologia, uma vez que os COBCs são materiais de alto custo. Devido a essas limitações, os ensaios não puderam ser conduzidos nos laboratórios de engenharia, exigindo a adaptação dos CPCs às normas odontológicas.

#### 3.2.2.1 Definição da relação a/c

Inicialmente, torna-se imprescindível uma definição única de relação a/c para uma análise e comparação mais segura entre os cimentos nos ensaios de resistência à compressão e, na Fase 3, de DRX nas pastas a 1 dia de hidratação. Essa caracterização fornece resultados com informações fundamentais para as análises comparativas entre os grupos de cimentos em estudo.

Na construção civil, o ensaio da pasta de consistência normal do cimento é utilizado como um parâmetro que auxilia na definição da relação a/c (água/cimento) necessária para seguir os requisitos da norma ABNT NBR 16606:2018.

Com base nos resultados do ensaio de pasta de consistência normal, o qual foi utilizado como referência para estabelecer as proporções adequadas entre água e cimento, foram



determinadas as relações água/cimento (*a/c*) para os cimentos CPC I e CPC II. A relação *a/c* encontrada para o cimento CPC I foi de 0,31, utilizando uma massa de água de 155g para cada 500g de cimento. Para o cimento CPC II, a relação *a/c* encontrada foi de 0,30, utilizando uma massa de água de 150g para cada 500g de cimento. Essas relações *a/c* estabelecem as proporções adequadas entre água e cimento para obter a consistência normal da pasta e são informações importantes para a caracterização dos materiais e as análises comparativas realizadas neste estudo.

Já na área odontológica, cada cimento investigado, devido às suas particularidades e aplicações específicas, é acompanhado de uma relação água/cimento (*a/c*) particular determinada pelos respectivos fabricantes e disponibilizada em suas bulas. Essas relações *a/c* são estabelecidas por meio de diferentes métodos, como dosadores, ampolas, sachês ou gotas, que são fornecidos e especificados juntamente com o cimento. Nesse sentido, serão analisadas as relações *a/c* de todos os cimentos de acordo com as especificações indicadas por cada fabricante, visando realizar uma comparação posterior e estabelecer uma relação *a/c* única para os seis cimentos abordados neste estudo.

No caso dos cimentos odontológicos nacionais COBC AI e COBC AII, ambos fabricados pela empresa Angelus, as instruções presentes na bula indicam que deve ser utilizado o conteúdo de um sachê de MTA/COBC ou de uma pá dosadora, juntamente com uma gota de água destilada. Essas porções devem ser colocadas sobre uma placa de vidro e, em seguida, espatuladas por 30 segundos até obter uma mistura completa entre o pó e a água. A fabricante também ressalta que o cimento resultante terá uma consistência arenosa, semelhante ao amálgama imediatamente após a trituração, porém mais úmido (ANGELUS, 2021).

Com o objetivo de obter um maior controle dos parâmetros de ensaio e garantir a precisão na aquisição dos dados, foram adotadas medidas específicas de quantificação. Dado o baixo volume de material utilizado e a recomendação da empresa de utilizar a pá dosadora e gotas, uma balança foi empregada para pesar 10 amostras da massa do cimento contidas na pá dosadora, assim como 10 amostras da massa de 1 gota de água destilada. A partir da média desses valores, foi possível estabelecer a relação *a/c* determinada pela empresa para o uso do respectivo material. As massas individuais dessas amostras, bem como as médias obtidas, são apresentadas na Tabela 6 para o COBC AI e na Tabela 7 para o COBC AII.

Tabela 6: Cálculo da relação a/c para o COBC AI estipulada pelo fabricante.

	<b>Massa do COBC AI na pá dosadora (g)</b>	<b>Massa de água destilada em uma gota (g)</b>	<b>Relação a/c</b>
1	0,1505	0,0389	0,26
2	0,1513	0,0359	0,24
3	0,1469	0,0396	0,27
4	0,146	0,0387	0,27
5	0,1482	0,0352	0,24
6	0,1356	0,0395	0,29
7	0,1385	0,0395	0,29
8	0,1386	0,0311	0,22
9	0,1316	0,0341	0,26
10	0,1416	0,0328	0,23
<b>MED</b>	<b>0,1429</b>	<b>0,0365</b>	<b>0,26</b>

Tabela 7: Cálculo da relação a/c para o COBC AII estipulada pelo fabricante.

	<b>Massa do COBC AII na pá dosadora (g)</b>	<b>Massa de água destilada em uma gota (g)</b>	<b>Relação a/c</b>
1	0,1356	0,0359	0,26
2	0,1338	0,0382	0,29
3	0,1357	0,0394	0,29
4	0,1509	0,0364	0,24
5	0,1458	0,0371	0,25
6	0,1326	0,0391	0,29
7	0,1488	0,0383	0,26
8	0,1302	0,0389	0,30
9	0,1394	0,0392	0,28
10	0,1331	0,0377	0,28
<b>MED</b>	<b>0,1386</b>	<b>0,0380</b>	<b>0,27</b>

A partir da obtenção das pesagens apresentadas na Tabela 6 e na Tabela 7, encontrou-se uma relação a/c para os cimento da Angelus de 0,26 para o COBC AI e de 0,27 para COBC-AII.

Já para o COBC PI e COBC PII, ambos da Dentsply Sirona, a fabricante disponibiliza, em suas caixas, para cada sachê com 1g de cimento uma ampola de água destilada, assim como apresentada na Figura 21, que deve ser misturada ao cimento (MTA Pro-Root, 2023).



Figura 21: Conteúdo de água destilada presente nas caixas dos COBC PI e do COBC PII.

Em busca da relação a/c estipulada pelo fabricante do COBC PI e COBC PII, foram pesados os conteúdos de água destilada de duas dessas ampolas e foram obtidas massas de 0,25g e 0,27g. Essas pesagens foram necessárias, já que a empresa disponibiliza para cada sachê de 1g de cimento, uma ampola de água destilada. Com base nessas observações, foi possível determinar que a Dentsply Sirona sugere uma relação a/c de 0,26 para a aplicação de seus produtos, obtida através da média dos dois valores obtidos nas pesagens das ampolas. Na Tabela 8 é possível observar as relações a/c encontradas para cada cimento.

Tabela 8: Relações a/c de cada cimento à base de clínquer.

<b>Cimento à base de clínquer</b>	<b>Relação a/c</b>
CPC I	0,31
CPC II	0,30
COBC AI	0,26
COBC AII	0,27
COBC PI	0,26
COBC PII	0,26

Conforme mencionado por Mehta e Monteiro (2014), com base na teoria de Powers, é estabelecido um valor mínimo teórico da relação água/cimento de 0,22 para garantir uma hidratação completa do CPC. Diante da constatação de relações a/c diferentes encontradas durante a pesquisa, é essencial estabelecer uma relação a/c única que seja superior a 0,22, a fim de assegurar uma análise e comparação seguras entre os cimentos e os ensaios realizados neste estudo.

Assim, foi estabelecido o valor de 0,26 como a relação a/c fixa para os ensaios de tempo de presa, resistência à compressão a 1 dia de hidratação e DRX a 1 dia de hidratação das pastas de cimento. Essa escolha baseou-se no fato de que o valor de 0,26 foi o mais frequente no conjunto de dados apresentado na Tabela 8, além de representar o valor mínimo encontrado para a relação a/c entre os cimentos.

### 3.2.2.2 *Preparação das pastas*

As pastas de CPC foram preparadas utilizando os materiais mencionados na seção 3.1, juntamente com água destilada. A relação a/c adotada foi de 0,26 e foi mantida constante em todos os traços utilizados nos ensaios das Fases 2 e 3. Essa relação foi estabelecida como uma constante para garantir a uniformidade nas amostras e permitir uma comparação adequada entre os diferentes cimentos estudados.

Assim, a Fase 2 da pesquisa buscou identificar possíveis semelhanças e diferenças nas pastas dos diversos tipos de cimentos em estudo, objetivando uma interpretação e coleta de dados. As amostras foram confeccionadas nos laboratórios de Odontologia da Universidade de Brasília (UnB) e feitas em sala climatizada com temperatura de  $23 \pm 1$  °C, utilizando os moldes, espátula e placas de vidro apresentados na Figura 22.

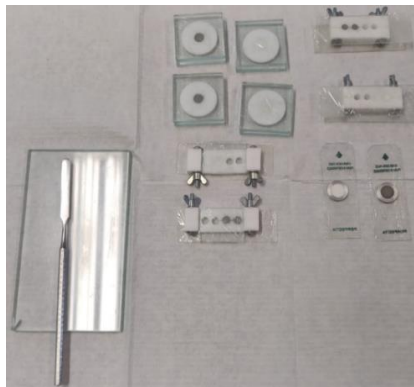


Figura 22: Moldes, espátula e placas de vidro utilizadas nos ensaios da Fase 2.

### 3.2.2.3 *Tempo de presa*

Para realização deste ensaio de determinação do tempo de presa, de acordo com a Especificação número 57 da American National Standard Institute/ American Dental Association (ANSI-ADA) (2012) para materiais obturadores/reparadores, foram utilizados moldes, presentes no laboratório de Odontologia da Universidade de Brasília, cilíndricos com diâmetros internos de 10 mm e espessuras uniformes de 2 mm, para cada material. O molde foi fixado sobre placa de vidro de 1 mm de espessura.

Após a preparação da pasta de cimento, esta foi cuidadosamente colocada no molde metálico, assegurando que todo o espaço interno fosse completamente preenchido. Após aproximadamente  $120 \pm 10$  segundos a partir do início da mistura, o conjunto composto pela placa de vidro, molde e cimento foi colocado em um recipiente plástico hermeticamente vedado. Esse recipiente foi mantido em uma estufa a uma temperatura constante de  $37 \pm 1$  °C,

com uma umidade relativa de pelo menos 95%, durante todo o período de teste, conforme especificado pelas diretrizes da ANSI/ADA (2012).

Após aproximadamente  $150 \pm 10$  segundos desde o início da mistura, utilizou-se uma agulha de Gillmore, com uma massa de  $(100 \pm 0,5)$  g e uma extremidade plana de  $(2,0 \pm 0,1)$  mm. Essa agulha foi abaixada verticalmente sobre a superfície horizontal do cimento sendo testado. Essa ação foi repetida em intervalos regulares de 60 segundos até que a agulha não mais causasse indentações visíveis na superfície do material em teste, assim como especifica a ANSI/ADA (2012). O tempo de presa do cimento foi determinado como o intervalo de tempo decorrido entre o início da mistura e o momento em que as indentações deixaram de ser visíveis na superfície do cimento.

Essa norma odontológica não determina um período mínimo necessário (padrão) para a realização de um procedimento obturador/reparador. A norma apenas estipula que o tempo de presa de um cimento endodôntico, quando submetido ao método descrito na norma, deve ter uma variação máxima de 10% em relação ao valor indicado pelo fabricante. No caso de cimentos com tempo de presa superior a 30 minutos e inferior a 72 horas, em que o fabricante menciona um intervalo em vez de um tempo determinado, o tempo de presa medido deve estar dentro da faixa indicada pelo fabricante (ANSI/ADA, 2012).

#### *3.2.2.4 Resistência à Compressão*

Como dito anteriormente, a opção por conduzir o ensaio de acordo com as normas da Odontologia foi motivada pelo custo elevado dos COBCs, o que resultou em limitações quanto à disponibilidade de material para a pesquisa e tornou irrealizável os ensaios seguindo as normas de engenharia. O ensaio foi realizado no Laboratório de Pesquisa em Dentística e Materiais Dentários da Faculdade de Ciências da Saúde da Universidade de Brasília (UnB) e seguiu as especificações estabelecidas na norma n.º 96 da ANSI/ADA (ISO 9917:2000). Essa norma determina a utilização de uma estufa com temperatura controlada a  $37 (\pm 1)$  °C e umidade relativa de pelo menos 95% (ANSI/ADA, 2000). A adesão a tais especificações visa garantir a padronização e a confiabilidade dos resultados obtidos durante o ensaio.

O procedimento de preparação das amostras para a realização do ensaio de resistência à compressão dos cimentos em estudo ocorreu no Laboratório de Biomateriais Odontológicos e Microbiologia Oral da Faculdade de Ciências da Saúde da Universidade de Brasília (UnB) e

seguiu uma abordagem padrão. Algumas considerações importantes sobre cada etapa do processo estão listadas a seguir:

1. Manipulação do cimento: É essencial seguir as instruções do fabricante do cimento odontológico, garantindo que a proporção água/cimento (a/c) seja adequada e respeitando o tempo de trabalho estabelecido. Isso é importante para obter uma mistura homogênea e consistente de cada amostra. A relação a/c de 0,26 foi a adotada nesse estudo.
2. Moldagem: Os moldes foram confeccionados de acordo com as especificações exigidas pela norma, no caso, com 6mm de altura e 4mm de diâmetro. Os moldes foram limpos e secos antes de preenchê-los com o cimento.
3. Colocação da placa de vidro: A placa de vidro foi posicionada sobre o molde preenchido com o cimento. Essa etapa foi realizada para garantir uma superfície plana e uniforme nas amostras, evitando deformações durante o processo de pega/presa do material.
4. Pega/presa do material: O tempo necessário para a completa pega/presa do cimento variou de acordo com o tipo e as características de cada cimento utilizado. É importante aguardar o tempo recomendado pelo fabricante para garantir que o cimento esteja totalmente endurecido antes de prosseguir para a próxima etapa.
5. Remoção das amostras: Após a pega/presa do cimento, as amostras foram removidas dos moldes com cuidado, evitando danos ou deformações. As amostras, ainda nos moldes, tiveram suas extremidades polidas com lixa d'água grão 1000 com o objetivo de deixá-las planas e paralelas.
6. Armazenamento das amostras: As amostras foram armazenadas em recipiente plástico fechado, simulando a ausência de contato com fluidos bucais. Essa condição de armazenamento pode ser estabelecida para avaliar a resistência do cimento em condições de uso clínico simuladas.

Para a realização desse ensaio numa velocidade de 1 mm/min com uma célula de carga de 500N, foi utilizada uma máquina de ensaios universal EZ-X Series (Shimadzu Scientific Instruments – Columbia, MD, EUA), do Laboratório de Pesquisa em Dentística e Materiais Dentários da Faculdade de Ciências da Saúde da Universidade de Brasília, vide Figura 23.



Figura 23: Máquina de ensaios universal EZ-X Series (Shimadzu Scientific Instruments – Columbia, MD, EUA), utilizada para os testes de resistência à compressão.

As amostras foram posicionadas com sua maior dimensão, no sentido vertical, sobre a base de suporte do equipamento. Foi utilizada a velocidade de deslocamento de 1 mm/min., com uma célula de carga máxima de 5 kN ou aproximadamente 500 kgf. A carga aplicada foi aumentada gradativamente, até a fratura das amostras. Os valores foram registrados e o cálculo de resistência foi obtido em função do valor da carga e das dimensões das amostras, assim como também é especificado na norma.

A variação no protocolo experimental pode ocorrer de acordo com o estudo em questão e as normas e diretrizes relevantes. No entanto, é fundamental garantir que os procedimentos sejam conduzidos com precisão e rigor para obter resultados confiáveis e consistentes.

Ao seguir um protocolo adequado, respeitando as instruções do fabricante e as normas pertinentes, é possível minimizar a introdução de erros experimentais e obter dados confiáveis. Além disso, a documentação detalhada dos procedimentos, incluindo informações sobre a manipulação dos materiais, o uso de moldes e a forma de armazenamento das amostras, é importante para a reprodutibilidade dos resultados e a validade dos estudos.

A precisão e o rigor na condução dos experimentos são essenciais para garantir que os resultados obtidos possam ser interpretados corretamente e correlacionados tanto entre os cimentos em estudo, bem como entre os outros ensaios realizados. Ao seguir procedimentos padronizados e precisos, é possível minimizar erros experimentais e obter resultados consistentes e confiáveis. Isso é crucial para comparar os diferentes cimentos e analisar suas propriedades e desempenho de maneira precisa e objetiva.

### 3.2.3 FASE 3: Avaliação dos produtos de hidratação das pastas a 1 dia

A análise de DRX foi conduzida nas pastas de cimento com um dia de hidratação. Esse período é significativo, pois é nessa fase inicial que ocorrem as reações de hidratação e formação das fases cristalinas que compõem o cimento endurecido.

Inicialmente, os cimentos e a água destilada foram precisamente pesados na balança HM-200 (A & D Engineering, Inc., Bradford, MA, EUA), na proporção de 1g de cimento para 0,26g de água destilada, a fim de manter a relação água/cimento (a/c) estabelecida. Em seguida, essa mistura foi utilizada para preencher seis moldes cilíndricos de Teflon, com 1,5 mm de espessura e 20 mm de diâmetro, que foram colocados sobre placas de vidro. O interior de cada molde foi preenchido com um dos cimentos estudados. Este processo está esquematizado na Figura 24.

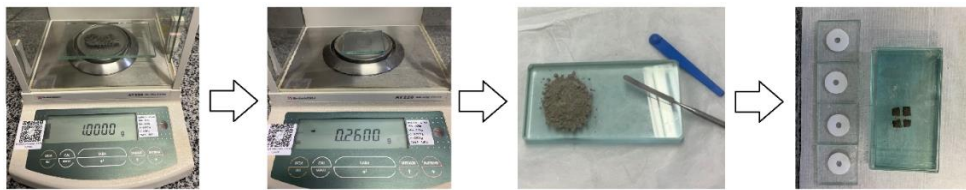


Figura 24: Características da confecção das pastas de cimento e preenchimento dos moldes.

Após essa etapa, outra placa de vidro foi cuidadosamente posicionada sobre o molde, exercendo pressão manual para garantir um contato uniforme entre a placa de vidro e todo o molde. Cada conjunto, composto pelo molde de Teflon preenchido com cimento e pressionado por duas placas de vidro, foi colocado em um recipiente específico para cada tipo de cimento. Em seguida, o processo de cura foi realizado à temperatura ambiente, seguindo o procedimento ilustrado na Figura 25, e as amostras foram mantidas nesse ambiente pelo período de 24h. Após o término desse período, as amostras foram removidas desse equipamento.

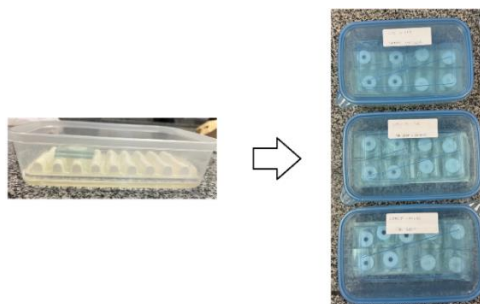


Figura 25: Equipamento de armazenamento das amostras.



As amostras foram removidas do molde de teflon, em sua idade de hidratação de 1 dia, com o auxílio do dispositivo desenvolvido especificamente para essa finalidade, apresentado na Figura 26.



Figura 26: (a) Dispositivo confeccionado para remoção das amostras; (b) Dispositivo desmontado.

Para que seja possível avaliar a microestrutura das pastas de cimento torna-se necessário interromper a hidratação das amostras em idades equivalentes. De acordo com Hoppe Filho (2008), para interromper a hidratação do cimento e caracterizar o material em função do tempo de reação, têm sido aplicadas algumas técnicas específicas. Essas técnicas incluem imersão em solventes orgânicos e secagem a vácuo, secagem da amostra a 105°C por 1 hora, secagem a 60°C por 24 horas, imersão em meio cetônico e congelamento em nitrogênio líquido.

No presente estudo, a interrupção da hidratação das pastas de cimento foi realizada na idade de 1 dia. Para isso, as amostras foram imersas em isopropanol por 24 horas e posteriormente secas em estufa a 40±1°C por, pelo menos, 6 horas. Em seguida, as amostras foram armazenadas em recipientes contendo sílica gel e cal sodada até a realização do ensaio de DRX. Os materiais utilizados nesse processo são ilustrados na Figura 27.



Figura 27: Materiais utilizados para realizar o processo de paralisação da hidratação.

O fluxo do processo de paralisação da hidratação das pastas é apresentado na Figura 28.

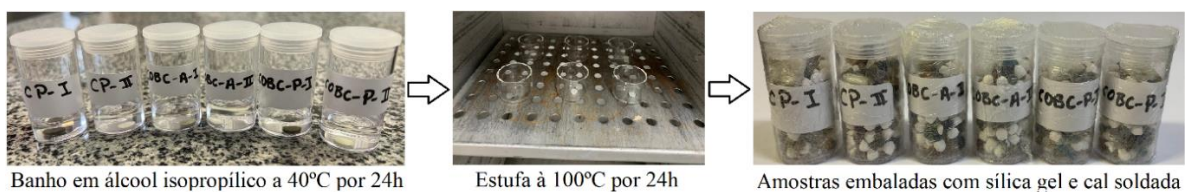


Figura 28: Processo de paralisação da hidratação.

Para a realização dos ensaios de DRX presente na Fase 3, foi necessário efetuar a pulverização das pastilhas de cimento. Esse procedimento foi realizado com auxílio de um almofariz de ágata com pistilo. A Figura 29 mostra o processo de preparação das amostras.

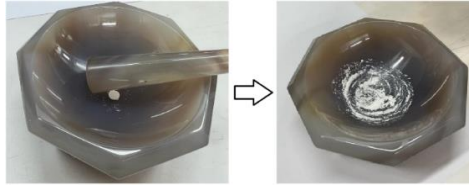


Figura 29: Procedimento para pulverização das amostras com hidratação paralisada.

Conforme mencionado por Andrade (2016), a análise de difração de raios X (DRX) é uma técnica comumente utilizada para identificar as fases cristalinas durante estudos de hidratação do cimento, após a interrupção da hidratação da amostra em uma idade específica.

A utilização da técnica de difração de raios-X (DRX) neste estudo tem como objetivo principal identificar as fases cristalinas presentes nas pastas de cimento. Embora não seja uma técnica quantitativa, é possível analisar a evolução das fases cristalinas durante o processo de hidratação e, assim, estabelecer correlações entre os cimentos Portland da construção civil (CP's) e os cimentos odontológicos à base de clínquer (COBCs), buscando identificar semelhanças e diferenças entre esses materiais cimentícios.

O ensaio de DRX foi realizado no Laboratório de Geologia da Universidade de Brasília (UnB). O equipamento utilizado foi o difratômetro Geigeflex T / Max RIGAKU, equipado com um tubo de cobre e um filtro de níquel, operando a 40 KV e 20 mA. A faixa de varredura utilizada foi de 2° a 60°, com uma velocidade de varredura de 5° por minuto.

## **4 RESULTADOS E DISCUSSÕES**

Este capítulo apresenta os resultados e discussões obtidos a partir do programa experimental que envolveu a caracterização das amostras de cimentos da construção civil e da Odontologia, bem como análises microestruturais das pastas desses cimentos.

Os resultados e discussões foram apresentados na mesma ordem em que as etapas foram realizadas no programa experimental. A Fase 1 consistiu na caracterização dos cimentos anidros, seguida da Fase 2, que apresentou informações importantes sobre as características mecânicas dos materiais estudados. Por fim, a Fase 3 trouxe a avaliação dos produtos de hidratação das pastas com 1 dia de hidratação.

### **4.1 FASE 1: CARACTERIZAÇÃO DOS CIMENTOS ANIDROS**

Esta etapa tem como objetivo exibir os resultados dos ensaios de avaliação da microestrutura dos cimentos em sua fase anidra e análises comparativas entre os cimentos presentes nos grupos 1 e 2 apresentados no programa experimental. Os ensaios serão: Espectrometria por fluorescência de raios-X, Difração de raios-X (DRX), Granulometria por raio laser e Superfície específica BET.

#### **4.1.1 Fluorescência de raios-X**

Em todos os cimentos estudados, foram realizados os ensaios de perda ao fogo antes do ensaio de Fluorescência de raios-X (FRX), para evitar alterações nos dados devido a presença de determinados componentes. As composições químicas dos cimentos do grupo 1, obtidas através do ensaio de FRX, são apresentadas na Tabela 9.

Tabela 9: Composições químicas dos cimentos do grupo 1.

Óxidos	CPC I	COBC PI	COBC AI
CaO	61,18	54,53	57,28
SiO <sub>2</sub>	15,72	12,72	13,96
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	3,42	4,22	1,26
MgO	4,35	1,59	0,27
Bi <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,00	22,39	24,20
WO <sub>3</sub>	0,00	0,00	0,00
SO <sub>3</sub>	3,59	1,72	0,04
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	3,89	2,60	2,60
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,07	0,02	0,05
SrO	0,24	0,03	0,21
Na <sub>2</sub> O	0,45	0,07	0,06
K <sub>2</sub> O	0,90	0,10	0,01
MnO	0,00	0,00	0,06
Tl <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,00	0,00	0,00
NiO	0,01	0,02	0,00
ZnO	0,01	0,00	0,00
Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,05	0,00	0,00
MnO	0,15	0,00	0,00
TiO <sub>2</sub>	0,28	0,00	0,00
LOI	6,19	1,12	0,63
<b>Total</b>	<b>100,51</b>	<b>100,00</b>	<b>100,00</b>

Com base nos resultados apresentados na Tabela 9, pode-se observar que o CPC I utilizado está em conformidade com os limites estabelecidos pela ABNT NBR 16697:2018 para os óxidos de magnésio ( $\leq 6,5\%$ ) e trióxido de enxofre ( $\leq 4,5\%$ ). Além disso, o cimento também atende aos requisitos da norma em relação à perda ao fogo (LOI), que exige valores inferiores a 6,5%. Em relação aos compostos principais, o cimento apresenta uma composição consistente com a literatura, com 61,18% de óxido de cálcio e 15,72% de dióxido de silício (HUANG *et al.*, 2017; SENSALÉ & VIACAVA, 2018). Esses valores são esperados e corroboram com as informações previamente relatadas. Portanto, os resultados obtidos indicam que o CPC I possui uma composição química adequada de acordo com as especificações normativas e está de acordo com as características esperadas para esse tipo de cimento.

Para os cimentos odontológicos, os valores encontrados neste estudo foram similares aos relatados na literatura (OSIRO, KARIUKI & GATHECE, 2018; BARROS *et al.*, 2012; ROCHA *et al.*, 2015). Isso indica que as propriedades químicas e composição dos cimentos

odontológicos analisados neste estudo estão de acordo com as informações disponíveis na literatura científica. Essa concordância reforça a validade dos resultados obtidos e a confiabilidade das análises realizadas.

Sobre os resultados dessa caracterização física, o ensaio de perda ao fogo aplicado apresenta valores de 6,19% para o CPC I, 1,12% para a COBC PI e 0,63% para o COBC AI. Esses valores encontrados são justificados, principalmente, devido a presença de carbonato de cálcio ( $\text{CaCO}_3$ ) nos cimentos (TORRES-CARRASCO *et al.*, 2017). De forma semelhante, Neville e Brooks (2016) relatam que a perda ao fogo também está relacionada à qualidade do cimento, pois indica a reidratação e carbonatação do cimento, que pode ser resultado de armazenamento inadequado ou prolongado ou adulteração durante o transporte. A partir do valor de 6,19% de perda ao fogo do CPC I, constata-se e que o cimento da construção civil possui uma quantidade maior de carbonato de cálcio em comparação aos cimentos odontológicos. Essa diferença também é confirmada pelos teores de CaO obtidos no ensaio de FRX, conforme apresentado na Tabela 9, que registra valores de 61,18% para o CPC I, 54,53% para a COBC PI e 57,28% para o COBC AI.

Os COBCs, produzidos de forma especializada, tem sua composição cuidadosamente formulada para atender às necessidades específicas da Odontologia. Esses cimentos são projetados para terem características como biocompatibilidade, adesão ao tecido dental e estabilidade dimensional. Como resultado, era esperado que a quantidade de carbonato de cálcio presente nesses cimentos fosse menor em comparação com os cimentos utilizados na construção civil.

Além disso, é relevante destacar que os óxidos CaO e  $\text{SiO}_2$  são componentes dominantes na composição dos cimentos analisados, juntamente com o agente radiopacificador ( $\text{Bi}_2\text{O}_3$ ) nos cimentos odontológicos. De acordo com a Tabela 9, as médias de conteúdo desses componentes foram de 61,18% e 15,72% para o CPC I, 54,53% e 12,72% para o COBC PI, e 57,28% e 13,96% para o COBC AI, respectivamente. Esses resultados evidenciam a similaridade entre os materiais estudados, uma vez que esses dois componentes estão diretamente relacionados ao processo de extração de matérias-primas e fabricação do cimento. Essa similaridade na composição reforça a comparabilidade dos materiais analisados.

Em relação à presença de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  nos cimentos em estudo, foi observado que o COBC PI apresenta uma maior quantidade desse óxido, com 4,22%, em comparação aos outros

cimentos. O CPC I obteve 3,42% de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , enquanto o COBC AI obteve 1,26%. Esses resultados corroboram com os resultados encontrados no estudo de Osiro, Kariuki e Gathece (2018) em relação ao CPC I, que encontraram 3,49% de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ . No entanto, contrastam com os resultados desses autores em relação ao COBC PI, onde foi identificada uma quantidade significativamente menor, apenas 0,14% desse óxido.

Essa discrepância nos resultados pode ser causada por variações nas formulações dos cimentos, nos processos de fabricação ou até mesmo nas características únicas das amostras analisadas em cada estudo. É importante reconhecer que cada estudo pode apresentar resultados específicos para os cimentos investigados, e essas diferenças podem ocorrer devido a diversas influências.

É fundamental ressaltar que a presença de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  nos cimentos pode ter impactos significativos em suas propriedades físicas e estéticas. Esse óxido pode contribuir para o escurecimento do cimento, o que pode ser indesejado em certos contextos, especialmente em cimentos brancos. Portanto, um controle rigoroso durante o processo de produção é necessário para garantir a qualidade e as características desejadas nos cimentos.

Portanto, os resultados obtidos neste estudo mostram que o COBC PI possui uma quantidade significativamente maior de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  em comparação com os outros cimentos analisados, enquanto o CPC I e o COBC AI apresentam valores intermediários. Essas informações são relevantes para entender a composição química dos cimentos e suas características específicas.

Quanto à presença do óxido de magnésio ( $\text{MgO}$ ), os resultados obtidos neste estudo estão em concordância com a literatura, que geralmente mostra uma maior presença desse óxido no CPC. Neste estudo, foram encontrados os seguintes valores: 4,35% para o CPC I, 1,59% para o COBC PI e 0,27% para o COBC AI. Esses resultados confirmam a tendência de maior teor de  $\text{MgO}$  no CPC em comparação com os COBCs.

Essa concentração de  $\text{MgO}$  pode ser considerada um indicativo da presença de periclásio, uma vez que o periclásio é um composto cristalino do  $\text{MgO}$  que não pode ser diretamente observado por meio da técnica de Fluorescência de Raios-X (FRX). É importante mencionar que o periclásio é um componente de baixa atividade hidráulica e, portanto, é considerado uma fase praticamente inerte no processo de hidratação do cimento, tornando-o indesejável (GOBBO, 2003). No entanto, é importante ressaltar que essa inferência não pode ser feita

com absoluta certeza, pois outros fatores e compostos podem influenciar a concentração de MgO detectada.

É relevante destacar que o cimento CPC I utilizado neste estudo, apesar de apresentar valores mais elevados de MgO em comparação aos COBCs, está dentro dos limites estabelecidos pela ABNT NBR 16697:2018. Conforme essa norma, o teor de MgO no cimento deve ser inferior a 6,5%.

Portanto, os resultados obtidos neste estudo estão em conformidade com a literatura e com as especificações normativas, evidenciando que o cimento CPC I utilizado atende aos requisitos estabelecidos para o teor de MgO. O controle do teor de MgO no cimento é relevante, pois altas concentrações desse óxido também podem afetar negativamente as propriedades físicas e químicas do cimento.

Em contrapartida, os três tipos de cimento apresentaram quantidades similares de SiO<sub>2</sub>: 15,72% para o CPC I, 12,72% para o COBC PI e 13,96% para o COBC AI. Isso indica que os cimentos possuem uma composição química consistente, com presença semelhante de dióxido de silício (SiO<sub>2</sub>), um dos principais constituintes do clínquer de cimento Portland. O SiO<sub>2</sub> desempenha um papel importante na formação das fases cristalinas do cimento e influencia suas propriedades físicas e químicas.

Conforme esperado, a maior diferença entre esses cimentos reside na presença do óxido de bismuto (Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) nos COBCs, que apresenta teores de 22,39% para o COBC PI e 24,20% para o COBC AI. Essa substância ocupa uma parte substancial da composição desses cimentos, representando aproximadamente um quarto de sua composição total. Esses resultados estão em concordância com os achados de Rao *et al.* (2009), que observaram que o MTA Angelus possui uma quantidade maior de óxido de bismuto em comparação com o MTA Pro-Root, conferindo ao MTA Angelus uma maior radiopacidade.

As composições químicas dos cimentos do grupo 2, obtidas através do ensaio de FRX, são apresentadas na Tabela 10.

Tabela 10: Composições químicas dos cimentos do grupo 2.

Óxidos	CPC II	COBC PII	COBC AII
CaO	69,62	58,40	57,95
SiO <sub>2</sub>	11,47	11,49	11,02
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,24	0,29	0,12
MgO	0,99	0,47	0,26
Bi <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,00	22,91	0,00
WO <sub>3</sub>	0,00	0,00	27,54
SO <sub>3</sub>	2,78	1,38	0,06
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2,56	1,27	2,44
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,06	0,13	0,03
SrO	0,08	0,12	0,33
Na <sub>2</sub> O	0,19	0,08	0,09
K <sub>2</sub> O	0,46	0,04	0,01
MnO	0,00	0,00	0,00
Tl <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,00	0,06	0,14
NiO	0,01	0,00	0,00
ZnO	0,00	0,00	0,00
Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,00	0,00	0,00
MnO	0,00	0,00	0,00
TiO <sub>2</sub>	0,09	0,00	0,00
LOI	11,56	1,11	1,16
<b>Total</b>	<b>100,10</b>	<b>96,63</b>	<b>99,99</b>

A partir dos resultados apresentados na Tabela 10, observa-se que o CPC II utilizado está em conformidade com os limites estabelecidos pela ABNT NBR 16697:2018 para os óxidos de magnésio e enxofre, os quais devem ser inferiores a 6,5% e 4,5%, respectivamente. Nota-se que os limites para esses óxidos são os mesmos que são aplicáveis ao CPC I.

Além disso, o CPC II também atende aos requisitos da norma em relação à perda ao fogo (LOI), que exige valores inferiores a 12%. O valor de perda ao fogo obtido para o CPC II foi de 11,56%. No entanto, é importante observar que, embora a taxa de perda ao fogo do CPC II esteja em conformidade com a norma, ultrapassa a especificação do fabricante, que indica uma perda ao fogo inferior a 5% (AXTON, 2023). Esse resultado evidencia uma concentração de substâncias voláteis no cimento além do esperado pelo fabricante, o que pode ser atribuído a possíveis mudanças em processos de fabricação ou às características específicas das amostras analisadas.



Essa alta taxa de perda ao fogo pode ser atribuída à maior concentração de CaO no CPC II, com um teor de 69,62%, em comparação com os valores de 58,40% do COBC PII e 57,95% do COBC AII. Além disso, de acordo com a ABNT NBR 16697:2018, o filer calcário pode ser usado para substituir até 25% do CPC branco estrutural. Isso também pode justificar o alto teor de perda ao fogo descrito no CPC II.

Quanto aos compostos principais, o cimento CPC II apresenta 69,62% de óxido de cálcio e 11,47% de dióxido de silício. Esses valores estão de acordo com a composição típica do CPC, onde o óxido de cálcio é um dos principais componentes responsáveis pela hidratação e endurecimento do cimento, enquanto o dióxido de silício contribui para a formação de fases cristalinas e propriedades mecânicas.

Para os COBCs também foram encontrados valores similares aos encontrados na literatura (OSIRO, KARIUKI & GATHECE, 2018; BARROS *et al.*, 2012; ROCHA *et al.*, 2015). Isso indica que as propriedades químicas e composição dos COBCs analisados neste estudo estão de acordo com as informações disponíveis na literatura científica. Essa concordância reforça a validade dos resultados obtidos e a confiabilidade das análises realizadas.

Sobre os resultados dessa caracterização física, o ensaio de perda ao fogo aplicado apresenta valores de 11,56% para o CPC II, 1,11% para a COBC PII e 1,16% para o COBC AII. Essas concentrações encontradas podem ser atribuídas principalmente à presença de carbonato de cálcio ( $\text{CaCO}_3$ ) nos cimentos (TORRES-CARRASCO *et al.*, 2017). A partir do valor de 11,56% de perda ao fogo do CPC II, constata-se e que o CPC possui uma quantidade maior de carbonato de cálcio em comparação aos COBCs. Essa diferença também é confirmada pelos teores de CaO obtidos no ensaio de FRX, conforme apresentado na Tabela 10, que registra valores de 69,62% para o CPC II, 58,40% para a COBC PII e 57,95% para o COBC AII.

Diferentemente do observado na caracterização dos cimentos cinzas, o  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  é encontrado com uma presença similar entre os cimentos brancos do estudo, onde o CPC II apresenta uma quantidade de 0,24%, o COBC PII de 0,29% e o COBC AII de 0,12%. Esses resultados estão de acordo com o esperado pela literatura, uma vez que os cimentos brancos geralmente apresentam baixa porcentagem desse óxido. Isso se deve ao fato de que o  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  é o principal responsável pelo escurecimento do cimento, e nos cimentos brancos busca-se reduzir sua presença.

Essa observação também pode ser confirmada ao comparar os valores de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  na Tabela 9 e na Tabela 10. Os cimentos cinzas apresentam uma maior quantidade desse óxido em comparação com os cimentos brancos. Essa diferença está em conformidade com a expectativa, reforçando que a presença de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  é menor nos cimentos brancos, como é desejado para obtenção de uma coloração mais clara. Essas informações são relevantes para compreender a composição química dos materiais e suas propriedades relacionadas à cor.

Os resultados obtidos neste estudo em relação à presença do óxido de magnésio ( $\text{MgO}$ ) estão em consonância com a literatura, que também mostra uma maior quantidade desse óxido no CPC branco. Os valores encontrados foram de 0,99% para o CPC II, 0,47% para o COBC PII e 0,26% para o COBC AII. Esses resultados corroboram a tendência de uma maior concentração de  $\text{MgO}$  nos CPCs em comparação aos COBCs, embora a diferença entre eles seja sutil. Essa diferença pode ser atribuída ao fato de que os COBCs são fabricados com um cuidado especial e seguindo procedimentos controlados, uma vez que são biomateriais. É importante ressaltar que o cimento Portland utilizado neste estudo (CPC II), mesmo apresentando o maior valor desse óxido dentre os cimentos estudados, está dentro dos limites estabelecidos pela norma, que especifica que o teor de  $\text{MgO}$  no cimento deve ser inferior a 6,5%.

Além disso, os resultados encontrados neste estudo em relação ao dióxido de silício ( $\text{SiO}_2$ ), para os três cimentos examinados, CPC II (11,47%), COBC PII (11,49%) e COBC AII (11,02%), correspondem aos resultados encontrados em estudos anteriores (CIANCONI *et al.*, 2016; CHANG, 2018). Essa consistência na concentração desse óxido entre os diferentes tipos de cimento e ao longo de estudos anteriores fortalece a coerência dos achados e a confiabilidade das análises realizadas.

De acordo com as expectativas, a diferença mais notável entre esses cimentos reside na presença de agentes radiopacificadores. Durante o estudo, constatou-se que os COBCs brancos analisados continham diferentes agentes radiopacificadores, com o COBC PII apresentando uma concentração de 22,91% de óxido de bismuto ( $\text{Bi}_2\text{O}_3$ ) e o COBC AII contendo 27,54% de trióxido de tungstênio ( $\text{WO}_3$ ). Essas substâncias desempenham um papel importante nos cimentos odontológicos e representam aproximadamente um quarto de sua composição.

#### 4.1.2 Difração de raios-X

O ensaio de Difração de raios-X (DRX) foi realizado para obter a composição mineralógica dos cimentos em sua fase anidra (CPC I, COBC PI, COBC AI, CPC II, COBC PII, COBC AII).

##### 4.1.2.1 Adaptação do ensaio

No capítulo anterior, foi mencionado que a quantidade limitada de COBC não permitiu a realização do ensaio de DRX com a lâmina comum. Como solução, as lâminas reflexivas foram adotadas, uma vez que requerem uma pequena quantidade de cimento para preencher uma semiesfera central, tornando-se ideais para esse tipo de amostra. Essa técnica foi denominada como Método 1 neste trabalho.

A partir disso, foram realizadas comparações entre os difratogramas obtidos pelo Método 1, que utiliza lâminas reflexivas com preenchimento dessa semiesfera central, e os difratogramas gerados pelo método tradicional, que utiliza lâminas completamente preenchidas, a fim de avaliar se o método com menor quantidade de cimento apresenta desvantagens em relação ao método convencional.

Inicialmente, foram conduzidos estudos preliminares com o CP-V cinza utilizado na construção civil (CPC I), com o objetivo de comparar os resultados obtidos pelos dois métodos de realização do ensaio de DRX. Os difratogramas gerados pela análise dos cimentos anidros através dos dois métodos para o CPC I são demonstrados na Figura 30.

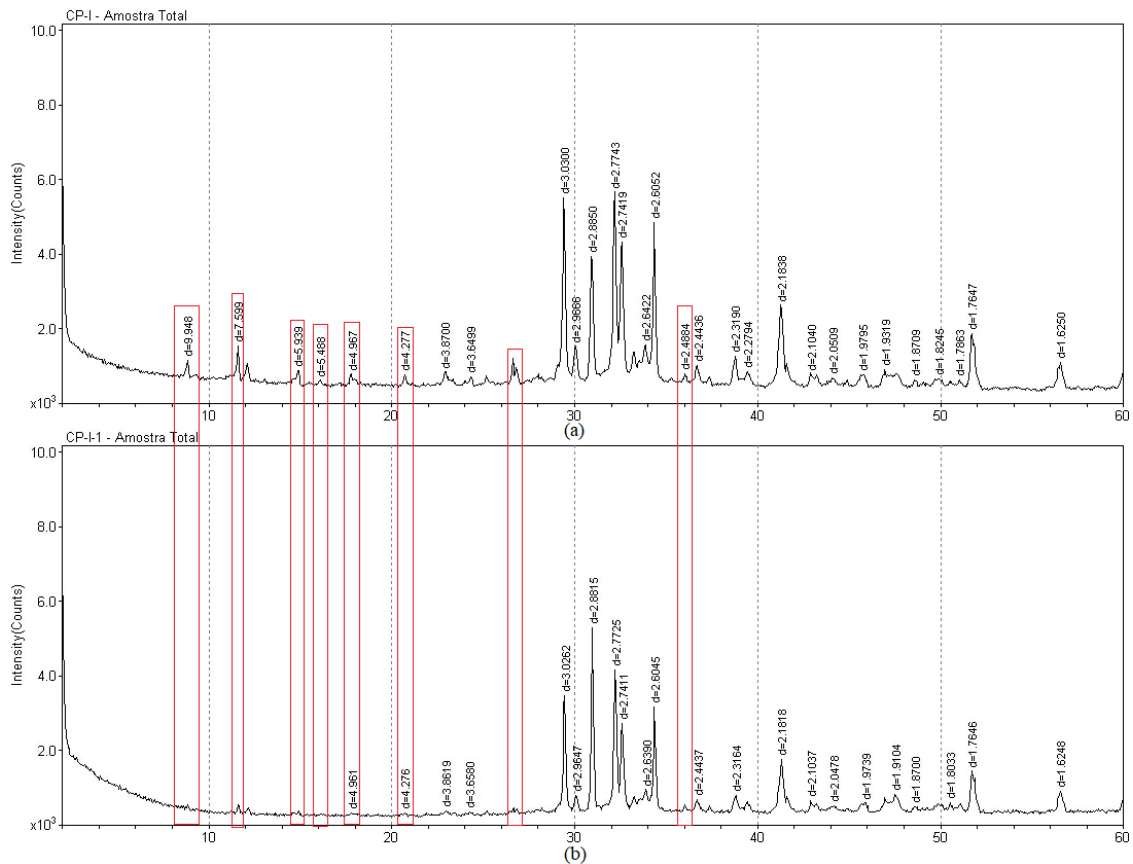


Figura 30: Difratogramas dos cimentos anidros através das lâminas: a) comum (CPC I); b) reflexiva semiesfera (CPC I-1).

A partir dessa análise, foi observado que alguns picos importantes não apareceram no difratograma gerado pelo Método 1 com a lâmina reflexiva semiesfera (CPC I-1), quando estes são apresentados sob uma mesma intensidade. Isso aconteceu porque muitos picos do CPC I-1 ficaram praticamente invisíveis em comparação com os picos apresentados no CPC I, conforme pode ser observado na Figura 30 nos picos de difração em, aproximadamente,  $2\theta = 9^\circ; 12^\circ; 15^\circ; 16^\circ; 18^\circ; 21^\circ; 27^\circ$  e  $36^\circ$ .

Para obter resultados mais precisos, essas investigações também foram realizadas para o cimento Portland branco utilizado na construção civil (CPC II). Os difratogramas gerados pelos dois métodos para o CPC II, o método da lâmina comumente utilizada (CPC II) e o Método 1 com a lâmina reflexiva com preenchimento frontal da semiesfera (CPC II-1), são mostrados na Figura 31.

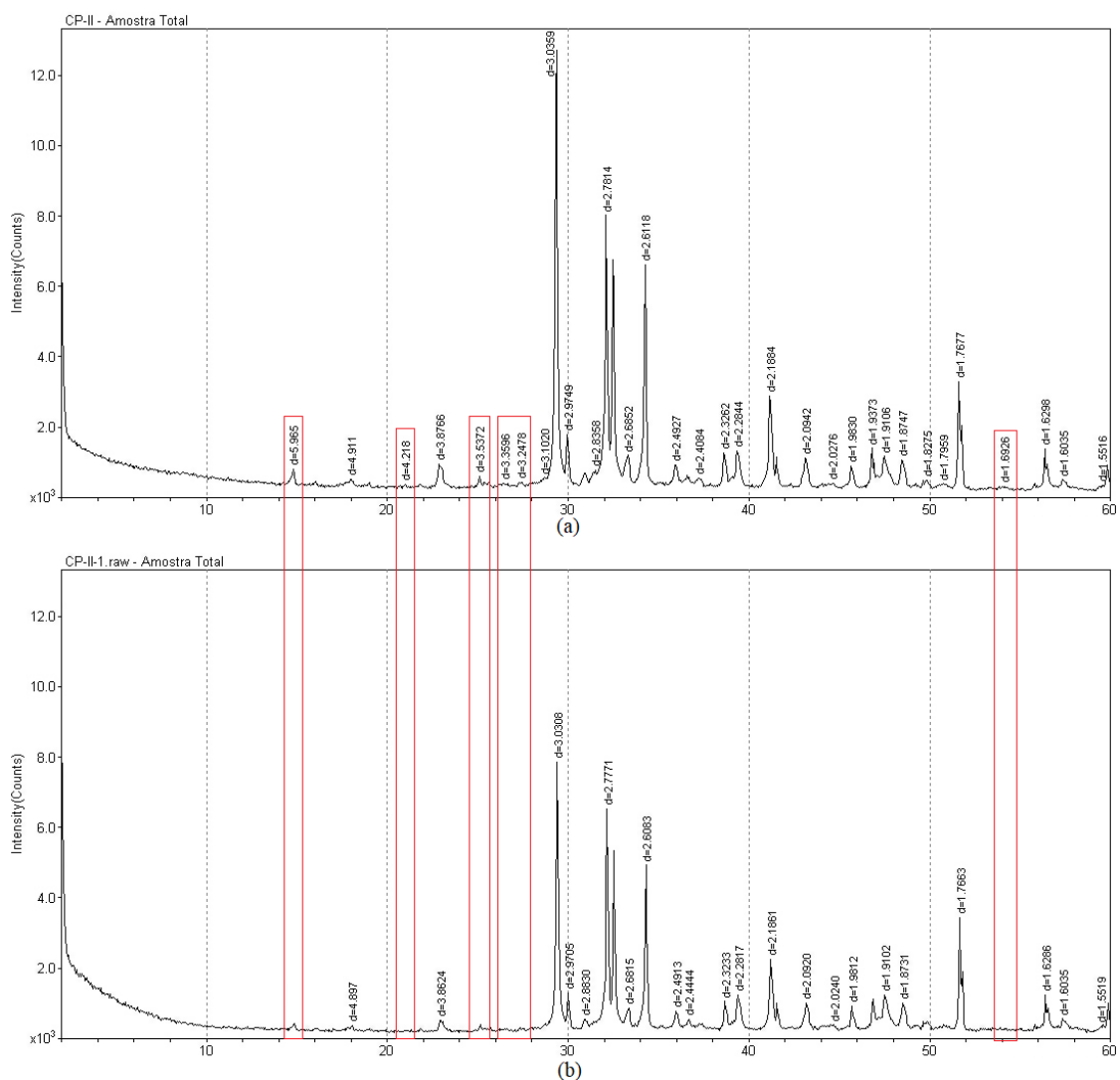


Figura 31: Difratomogramas dos cimentos anidros através das lâminas: a) comum (CPC II); b) reflexiva semiesfera (CPC II-1).

A comparação dos difratogramas também confirmou a presença de falhas na detecção de vários picos de difração em, aproximadamente,  $2\theta = 15^\circ; 21^\circ; 25^\circ; 27^\circ$  e  $54^\circ$  no Método 1, quando são apresentados sob uma mesma intensidade, o que poderia comprometer a análise. Por outro lado, sabe-se que a utilização da lâmina comum não seria viável devido à falta de cimento odontológico. Diante dessa situação, buscou-se uma adaptação do ensaio com a lâmina reflexiva, com o objetivo de obter um método intermediário que combinasse a economia de material com resultados mais precisos nos difratogramas.

Para esse propósito, foi necessário aumentar a quantidade de cimento em conjunto com a lâmina reflexiva. Esse novo método consistiu na aplicação do cimento em forma de filete na parte posterior da lâmina, com o objetivo de preencher completamente a área exposta pelo emissor dos raios-X, conforme detalhado na seção de Metodologia. Os ensaios realizados

utilizando esse método foram identificados como CPC I-2 e CPC II-2, utilizando o número 2 para distingui-los dos demais ensaios. As configurações específicas das lâminas utilizadas nesse estudo podem ser observadas na Figura 32.

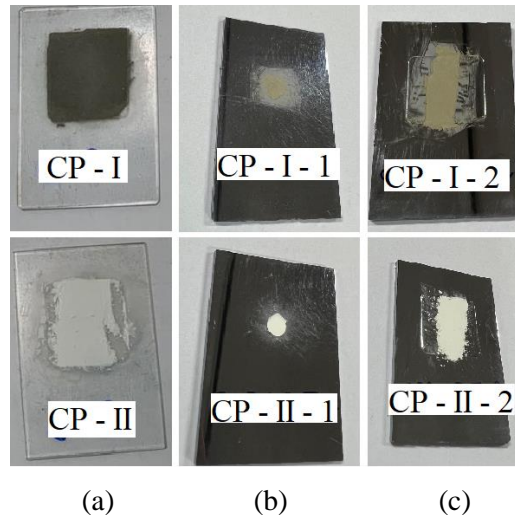


Figura 32: Lâminas: a) CPC I e CPC II: usual com preenchimento total; b) CPC I-1 e CPC II-1: reflexiva com preenchimento da semiesfera; c) CPC I-2 e CPC II-2: reflexiva com preenchimento em filete.

Com o objetivo de permitir uma melhor análise comparativa, a Figura 33 apresenta os difratogramas gerados pelos três métodos utilizados para o CPC I.

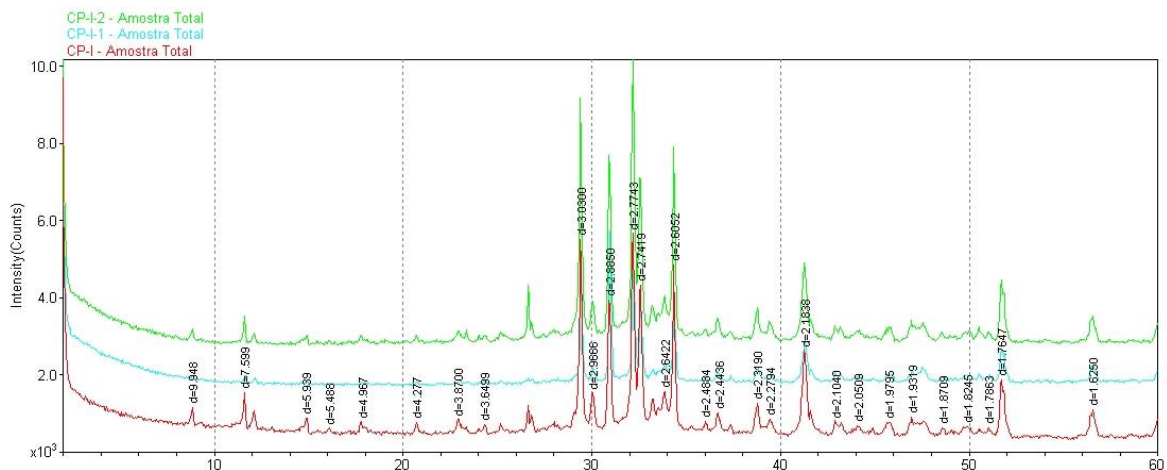


Figura 33: Difratogramas do CPC I gerados através dos três métodos analisados.

Foi constatado que os picos obtidos pelo Método 1 de análise (CPC I-1), representados em azul na Figura 33, são menores em comparação aos outros dois métodos. Além disso, é possível observar que o difratograma gerado pelo uso da lâmina convencional (CPC I), representado em vermelho, exibe picos bastante semelhantes aos do difratograma gerado pelo Método 2 (CPC I-2), representado em verde.

Já na Figura 34, são expostos os difratogramas gerados pelos três métodos para o cimento Portland branco (CPC II).

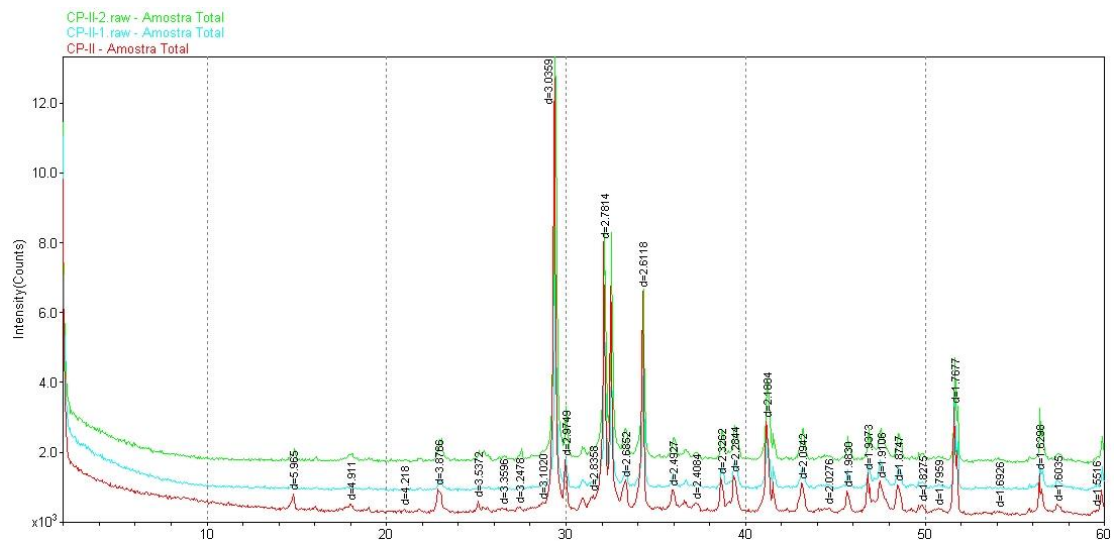


Figura 34: Difratogramas do CPC II gerados através dos três métodos analisados.

Também foi constatado que os picos obtidos pelo Método 1 de análise (CPC II-1), representados em azul na Figura 34, são menores e alguns deles imperceptíveis em comparação aos outros dois métodos. Adicionalmente, é perceptível uma vez mais que o difratograma obtido pela aplicação da lâmina convencional (CPC II), indicado pela cor vermelha, apresenta padrões de picos semelhantes ao difratograma gerado pelo Método 2 (CPC II-2), representado em tonalidade verde.

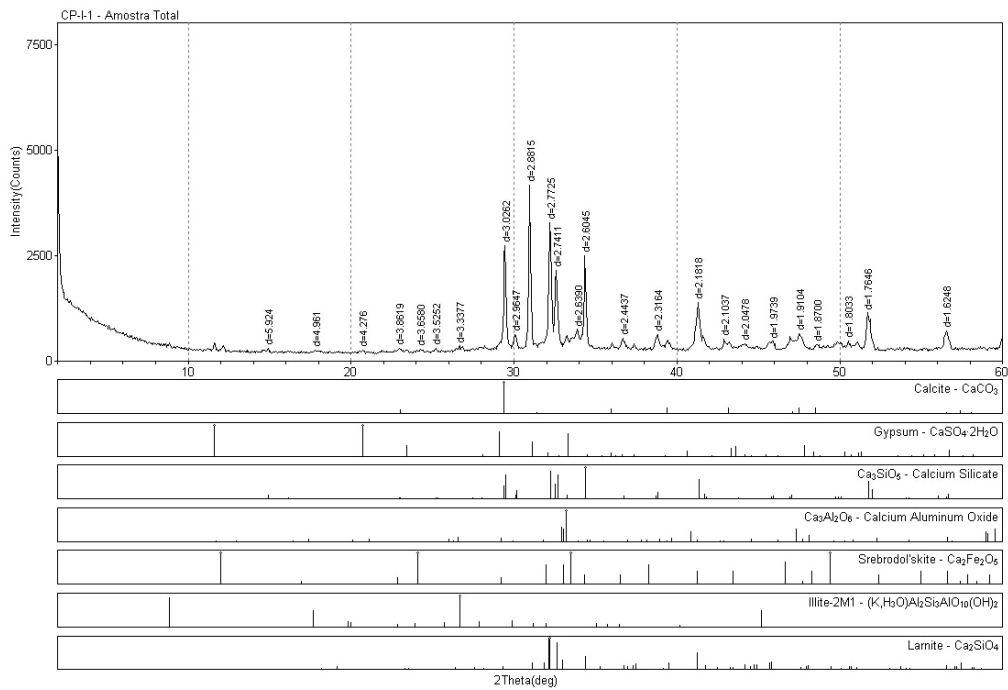
Após a análise comparativa dos difratogramas, observou-se que os difratogramas obtidos por meio da lâmina comum e da lâmina reflexiva com preenchimento em forma de filete apresentam similaridades, superando os picos observados no difratograma gerado pela lâmina reflexiva com preenchimento da semiesfera. Com base nessa constatação, o Método 2 foi selecionado como substituto do método da lâmina comum na pesquisa, devido à sua equivalência e à inviabilidade de realizar os ensaios com a lâmina comum devido à quantidade necessária de material. Portanto, os Métodos 1 e 2 serão utilizados para realizar os ensaios de DRX nos seis tipos de cimentos estudados.

#### 4.1.2.2 Difração de raios-X nos cimentos anidros: Comparação entre os métodos

Abaixo estão apresentados os resultados das análises de Difração de Raios-X (DRX) dos seis tipos de cimentos anidros estudados. Para cada tipo de cimento, foram realizadas duas análises utilizando uma lâmina reflexiva: o Método 1, no qual a semiesfera central foi

preenchida, e o Método 2, que envolveu o preenchimento do cimento em forma de filete sobre a lâmina. A comparação entre os métodos revelou a detecção de picos que não seriam identificados caso o método intermediário não tivesse sido desenvolvido e os cimentos em estudo tivessem sido caracterizados apenas pelo método de preenchimento da semiesfera.

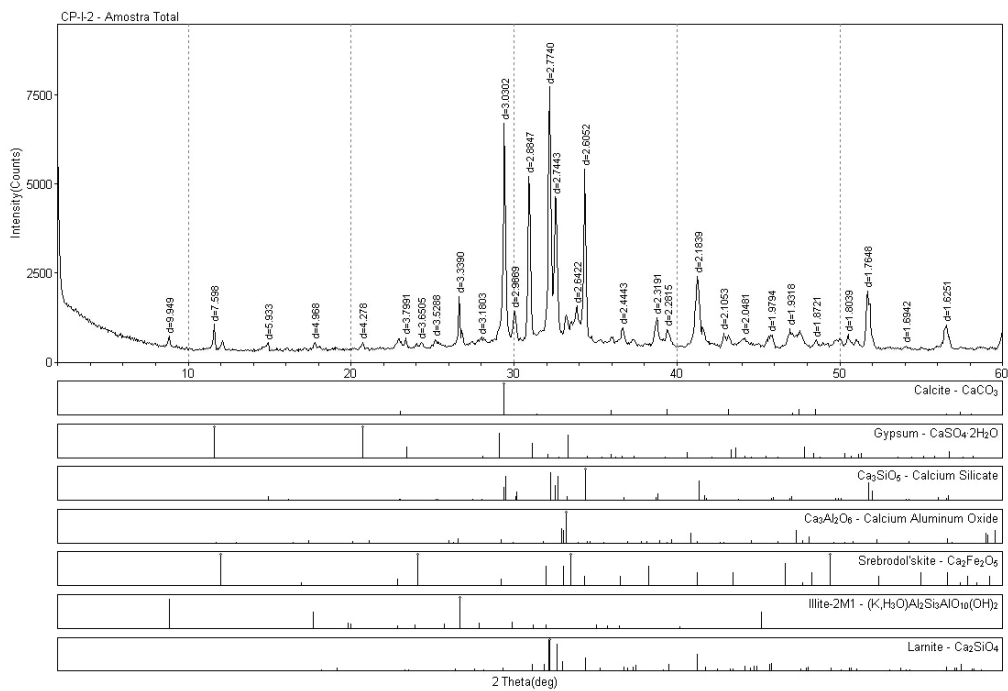
a) CPC I: Cimento Portland V-ARI cinza



Campus Univ Darcy Ribeiro

(a)

Monday, December 19, 2022 12:21p (MDI/JADE9)



Campus Univ Darcy Ribeiro

(b)

Monday, December 19, 2022 12:21p (MDI/JADE9)

Figura 35: Difratogramas: (a) CPC I-1; (b) CPC I-2.

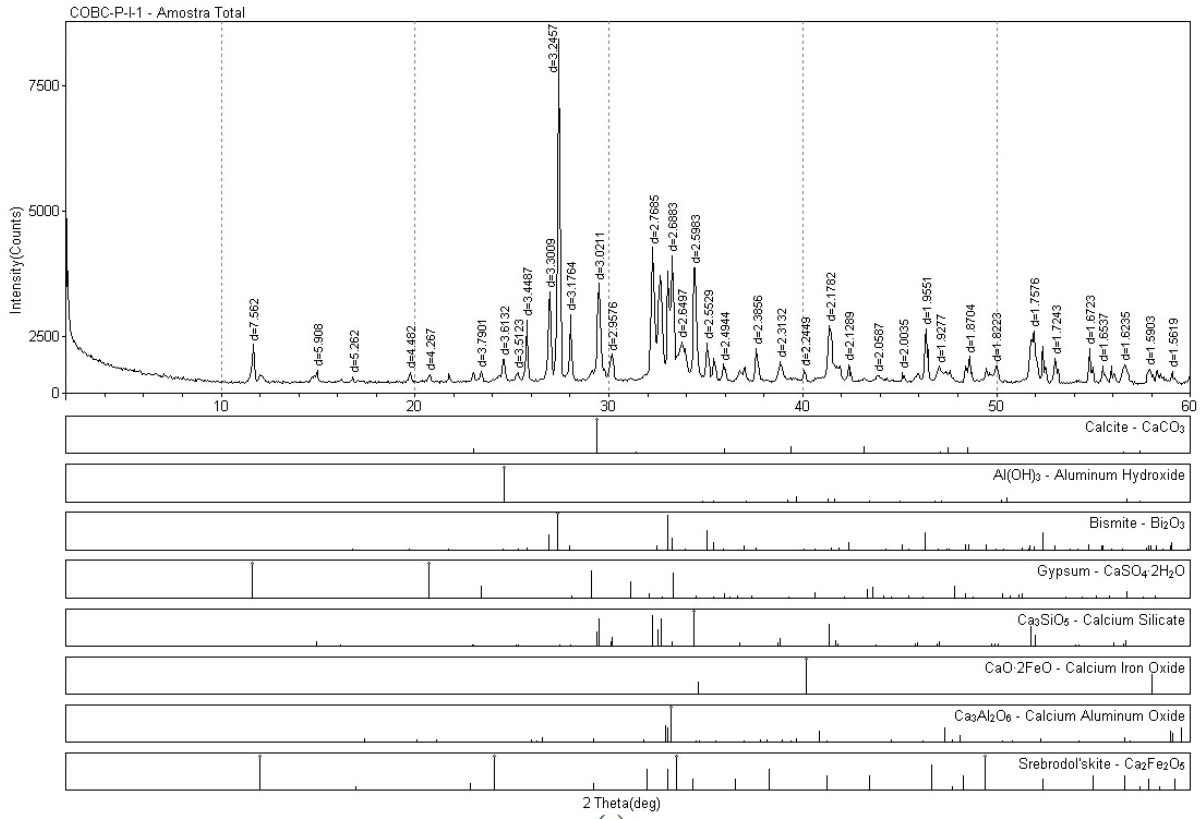


A composição mineralógica do CPC I é apresentada nos difratogramas mostrados na Figura 35. Nas análises, foram identificadas como fases majoritárias o silicato de cálcio ( $\text{Ca}_3\text{SiO}_5$  ou alita), o mineral larnita ( $\text{Ca}_2\text{SiO}_4$  ou belita), a gipsita ( $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) e a calcita ( $\text{CaCO}_3$ ). As fases principais desses compostos foram encontradas em  $2\theta = 15^\circ$ ;  $34,25^\circ$ ;  $41,3^\circ$  e  $51,8^\circ$  para o  $\text{C}_3\text{S}$ ,  $2\theta = 8,9^\circ$ ;  $32,2^\circ$ ;  $39^\circ$  e  $41,3^\circ$  para o  $\text{C}_2\text{S}$ ,  $2\theta = 11,45^\circ$ ,  $23,10^\circ$ ,  $29,1^\circ$  e  $31^\circ$  para a gipsita e  $2\theta = 29,5^\circ$  e  $39^\circ$  para a calcita.

Ao analisar os difratogramas gerados pelos dois métodos, ambos com aproximadamente 7500 cs (counts) de intensidade máxima, é possível observar que os picos obtidos pelo método 2 apresentam uma intensidade consideravelmente maior do que os picos do método 1. Além disso, foi constatado que foram detectados 29 picos no difratograma do método 2, enquanto no método 1 apenas 24 picos foram identificados, resultando em um déficit de 5 picos não detectados.

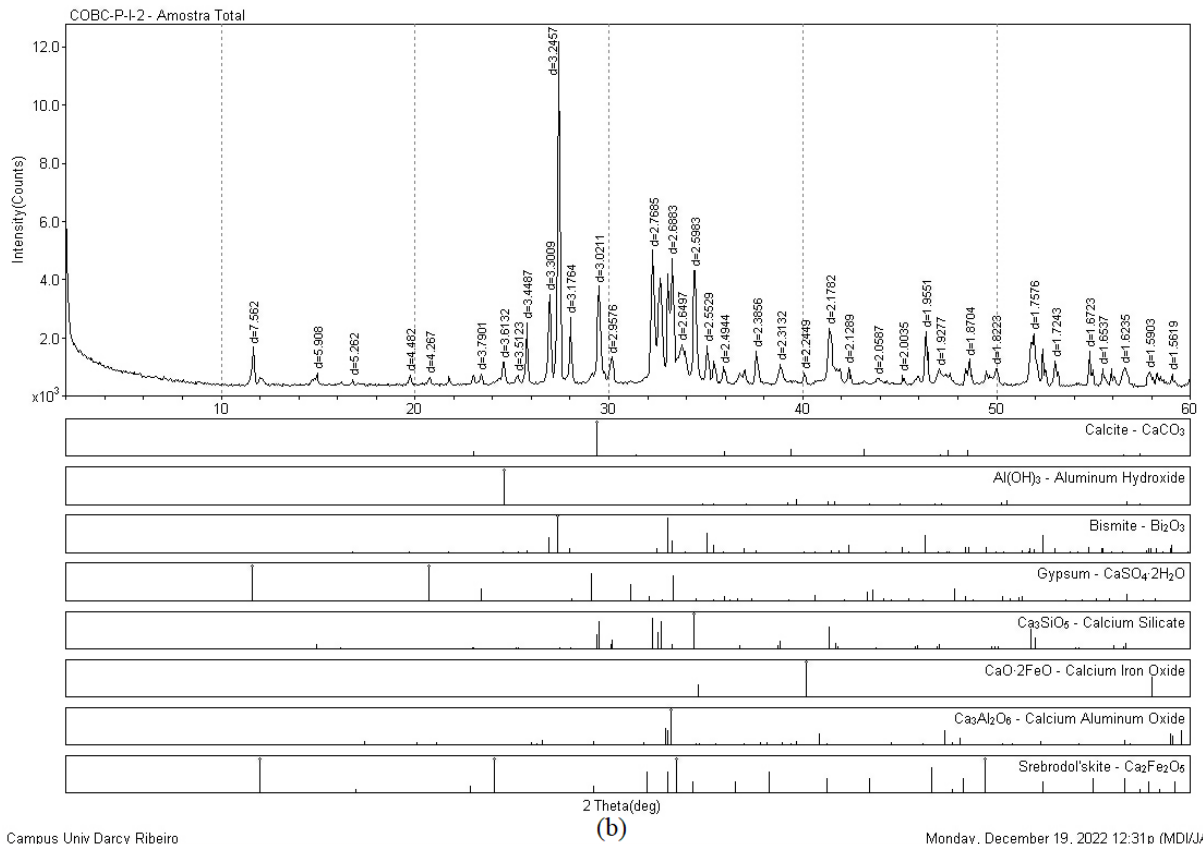
É importante destacar que os picos principais da alita ( $2\theta = 8,9^\circ$ ) e do gesso ( $2\theta = 11,45^\circ$ ) foram identificados no método desenvolvido, mas não foram observados no método 1. Essa diferença na detecção de picos poderia causar implicações na interpretação e caracterização dos cimentos analisados.

b) COBC-PI: MTA Pro-Root cinza



Campus Univ Darcy Ribeiro

Monday, December 19, 2022 12:29p (MDI/JADE9)



Campus Univ Darcy Ribeiro

Monday, December 19, 2022 12:31p (MDI/JADE9)

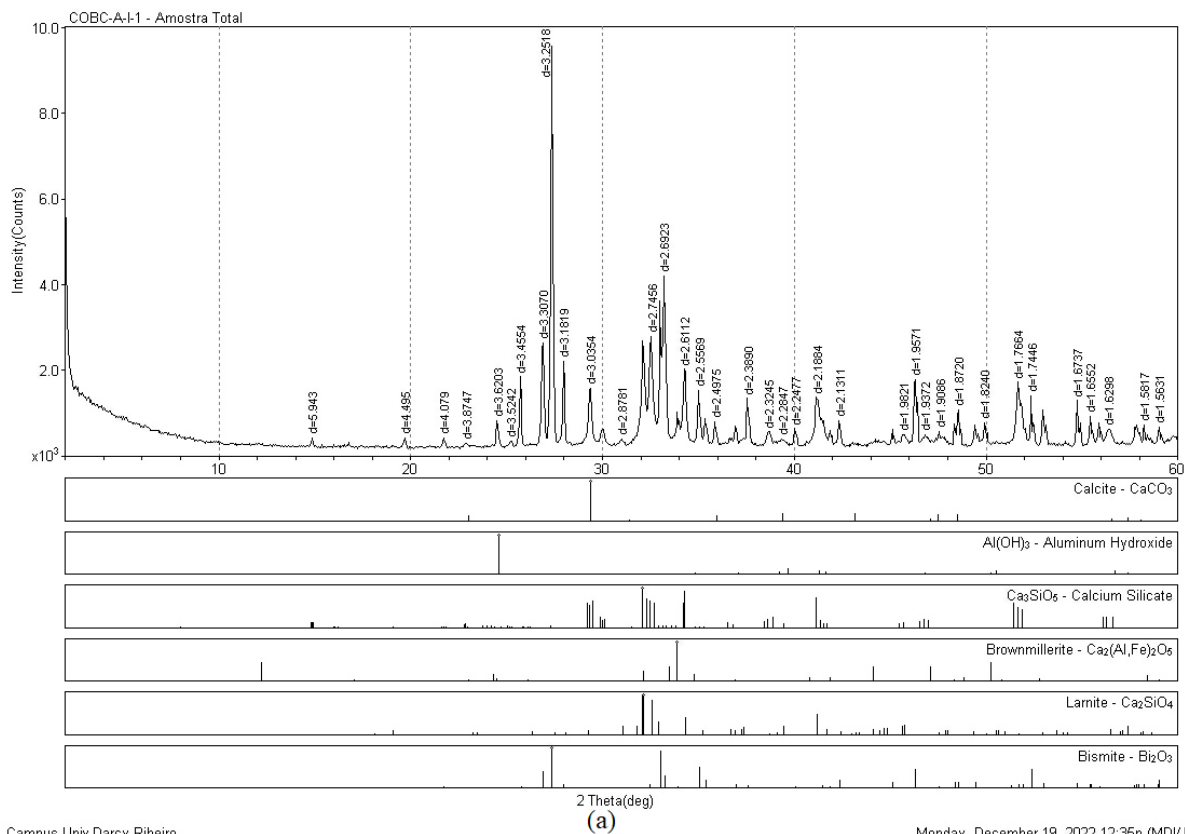
Figura 36: Difratoograma: (a) COBC PI-1; (b) COBC PI-2.

A composição mineralógica do COBC PI é apresentada nos difratogramas mostrados na Figura 36. Nas análises, foram identificadas como fases majoritárias o silicato de cálcio ( $\text{Ca}_3\text{SiO}_5$  ou alita), a gipsita ( $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ), a calcita ( $\text{CaCO}_3$ ) e o óxido de bismuto ( $\text{Bi}_2\text{O}_3$ ). As fases principais desses compostos foram encontradas em  $2\theta = 15^\circ$ ;  $34,25^\circ$ ;  $41,3^\circ$  e  $51,8^\circ$  para o  $\text{C}_3\text{S}$ ,  $2\theta = 11,45^\circ$ ,  $23,10^\circ$ ,  $29,1^\circ$  e  $31^\circ$  para a gipsita,  $2\theta = 29,5^\circ$  e  $39^\circ$  para a calcita e  $2\theta = 25,7^\circ$ ,  $27,3^\circ$  e  $46,4^\circ$  para o óxido de bismuto.

Ao analisar os difratogramas gerados pelos dois métodos, observa-se uma diferença na intensidade dos picos. O método 2 apresentou uma intensidade máxima de aproximadamente 12000 cs (counts), enquanto o método 1 registrou uma intensidade máxima de 7500 cs. Essa diferença indica que os picos identificados pelo método 2 possuem uma maior intensidade em comparação aos picos do método 1.

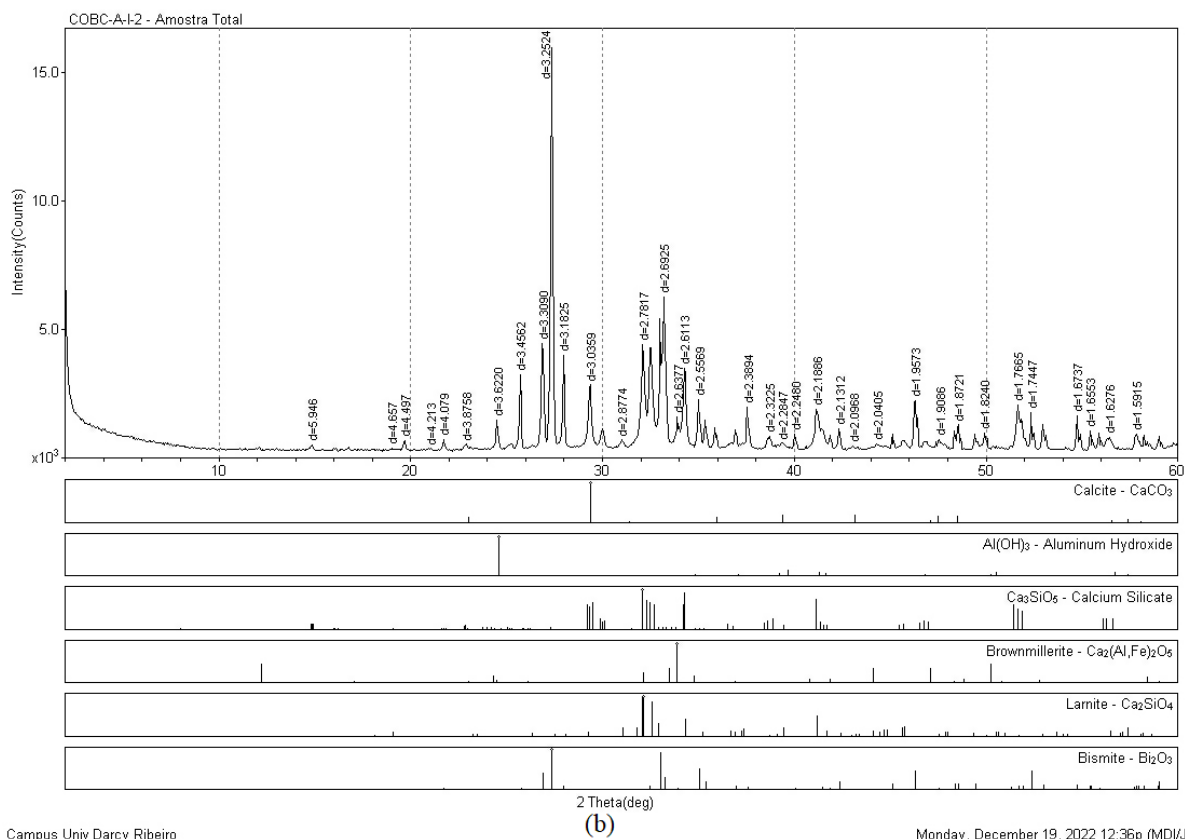
Além disso, foi observado que o método 2 identificou um total de 38 picos no difratograma, enquanto o método 1 identificou apenas 34 picos. Isso significa que 4 picos não foram detectados pelo método 1, resultando em um déficit de detecção. Entre os picos não identificados pelo método 1, é relevante mencionar os picos de  $\text{C}_3\text{S}$  em  $2\theta = 15^\circ$  e de gesso em  $2\theta = 23,10^\circ$ .

c) COBC AI: MTA Angelus cinza



Campus Univ Darcy Ribeiro

Monday, December 19, 2022 12:35p (MDI/JADE9)



Campus Univ Darcy Ribeiro

Monday, December 19, 2022 12:36p (MDI/JADE9)

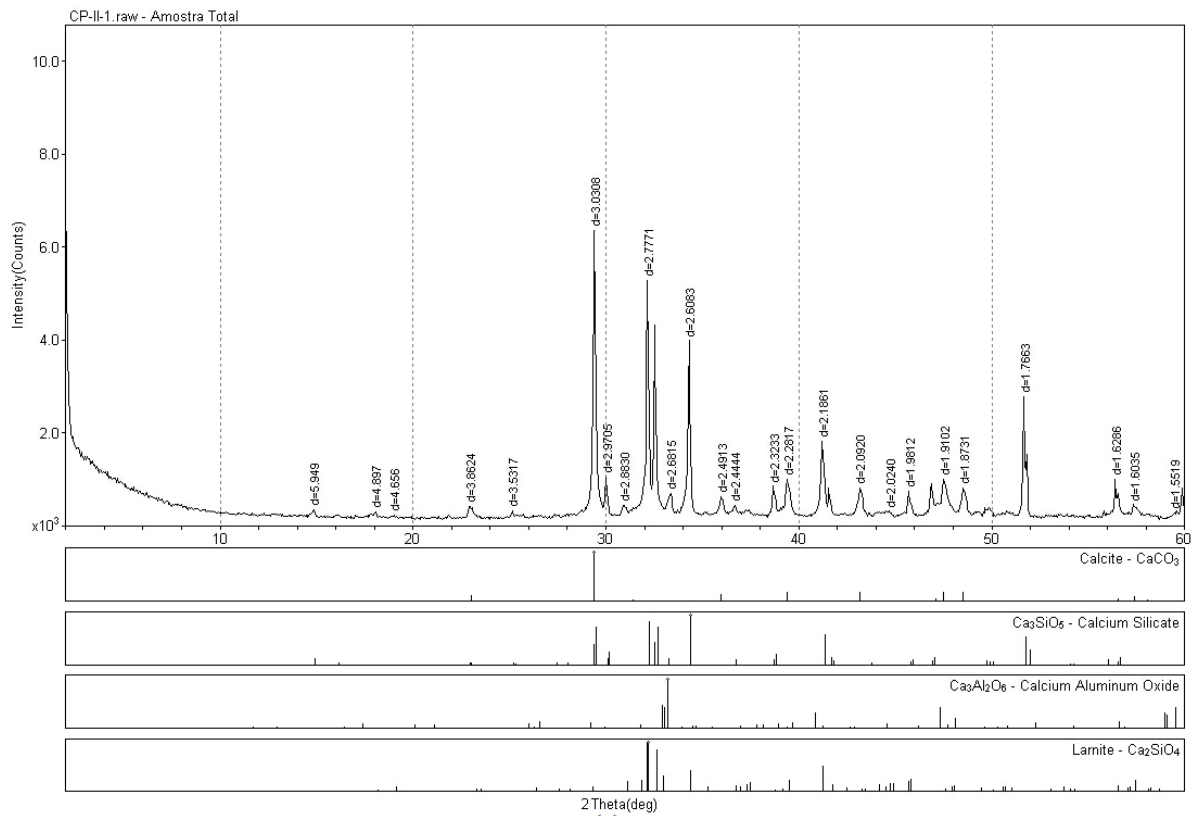
Figura 37: Difratoograma: (a) COBC AI-1; (b) COBC AI-2.

A composição mineralógica do COBC AI é apresentada nos difratogramas mostrados na Figura 37. Nas análises, foram identificadas como fases majoritárias o silicato de cálcio ( $\text{Ca}_3\text{SiO}_5$  ou alita), o mineral larnita ( $\text{Ca}_2\text{SiO}_4$  ou belita), a calcita ( $\text{CaCO}_3$ ) e o óxido de bismuto ( $\text{Bi}_2\text{O}_3$ ). As fases principais desses compostos foram encontradas em  $2\theta = 15^\circ$ ;  $34,25^\circ$ ;  $41,3^\circ$  e  $51,8^\circ$  para o  $\text{C}_3\text{S}$ ,  $2\theta = 8,9^\circ$ ,  $32,2^\circ$ ;  $39^\circ$  e  $41,3^\circ$  para o  $\text{C}_2\text{S}$ ,  $2\theta = 29,5^\circ$  e  $39^\circ$  para a calcita e  $2\theta = 25,7^\circ$ ,  $27,3^\circ$  e  $46,4^\circ$  para o óxido de bismuto.

Ao realizar a análise dos difratogramas obtidos pelos dois métodos, foi observada mais uma discrepância na intensidade dos picos identificados. O método 2 demonstrou um máximo de intensidade superior a 15000 cs (counts), enquanto o método 1 apresentou 10000 cs. Essa diferença na intensidade dos picos sugere que os picos identificados pelo método 2 exibem uma maior intensidade em comparação aos picos obtidos pelo método 1.

No contexto específico do COBC AI, constatou-se que tanto o método 1 quanto o método 2 identificaram um total de 35 picos. Além disso, observou-se que os difratogramas se tornaram idênticos devido à significativa redução na intensidade dos picos. Esses resultados evidenciam que a alteração do método não teve impacto na quantidade de picos detectados, mas apenas em suas intensidades.

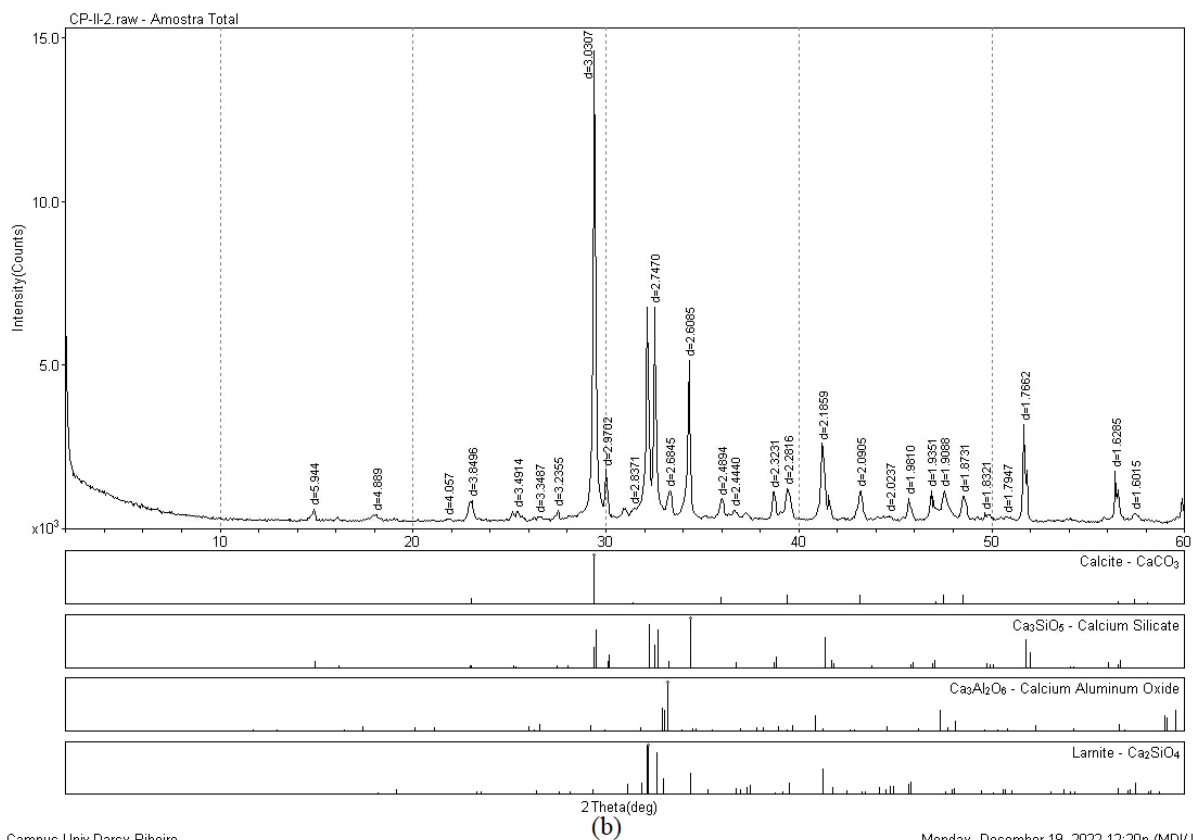
d) CPC II: Cimento Portland branco



Campus Univ Darcy Ribeiro

(a)

Monday, December 19, 2022 12:19p (MDI/JADE9)



Campus Univ Darcy Ribeiro

(b)

Monday, December 19, 2022 12:20p (MDI/JADE9)

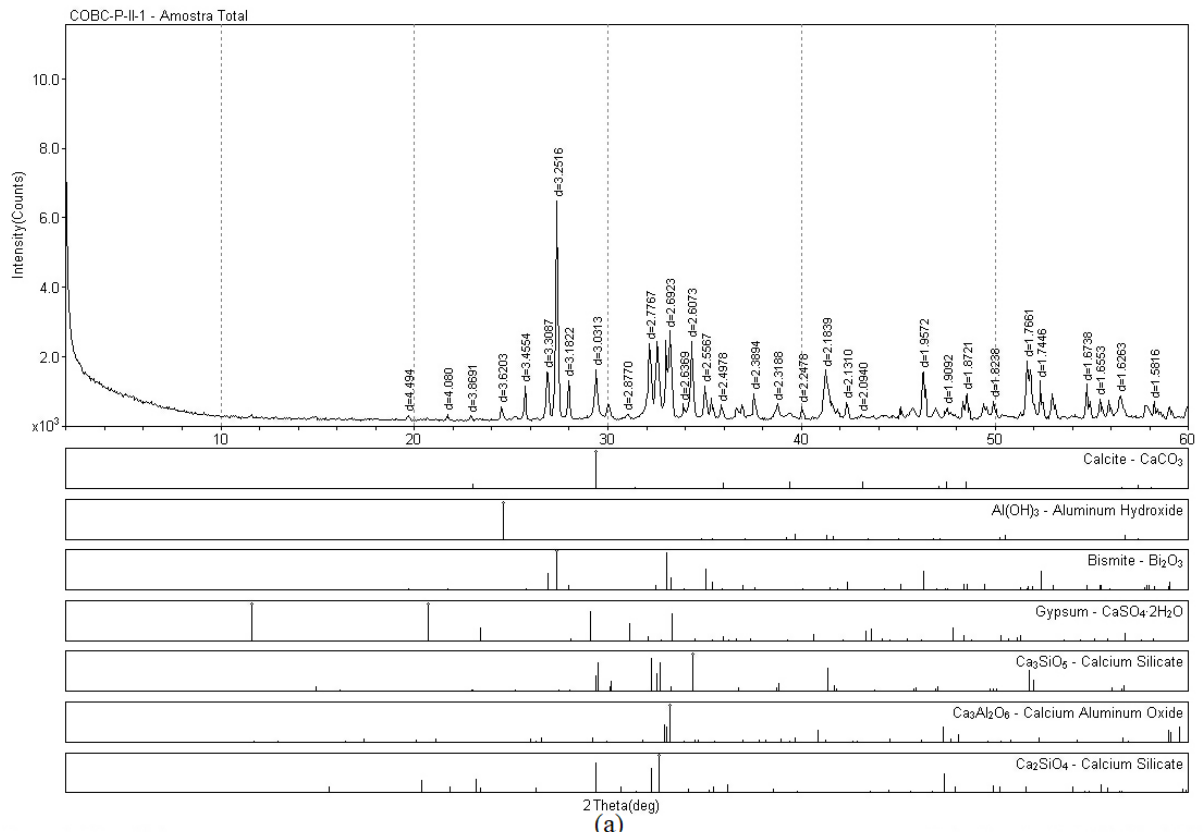
Figura 38: Difratoograma: (a) CPC II-1; (b) CPC II-2.

A composição mineralógica do CPC II é apresentada nos difratogramas apresentados na Figura 38. Nas análises, foram identificadas como fases majoritárias o silicato de cálcio ( $\text{Ca}_3\text{SiO}_5$  ou alita), o mineral larnita ( $\text{Ca}_2\text{SiO}_4$  ou belita), o óxido de aluminato de cálcio ( $\text{Ca}_3\text{Al}_2\text{O}_5$ ) e a calcita ( $\text{CaCO}_3$ ). As fases principais desses compostos para essa análise foram encontradas em  $2\theta = 15^\circ$ ;  $34,25^\circ$ ;  $41,3^\circ$ ,  $46,9^\circ$  e  $51,8^\circ$  para o  $\text{C}_3\text{S}$ ,  $2\theta = 8,9^\circ$ ,  $32,2^\circ$ ;  $39^\circ$  e  $41,3^\circ$  para o  $\text{C}_2\text{S}$ ,  $2\theta = 33,15^\circ$  e  $47,3^\circ$  para a o óxido de aluminato de cálcio e  $2\theta = 29,5^\circ$  e  $39^\circ$  para a calcita.

Na análise dos dois métodos realizados para o CPC II, é possível observar uma notável discrepância na intensidade dos picos. O método 2 revelou uma intensidade de aproximadamente 15000 cs (counts) para o seu pico mais proeminente, enquanto o método 1, para seu maior pico, registrou uma intensidade de 6000 cs. Essa disparidade evidencia que os picos identificados pelo método 2 exibem uma maior intensidade em comparação aos picos obtidos pelo método 1.

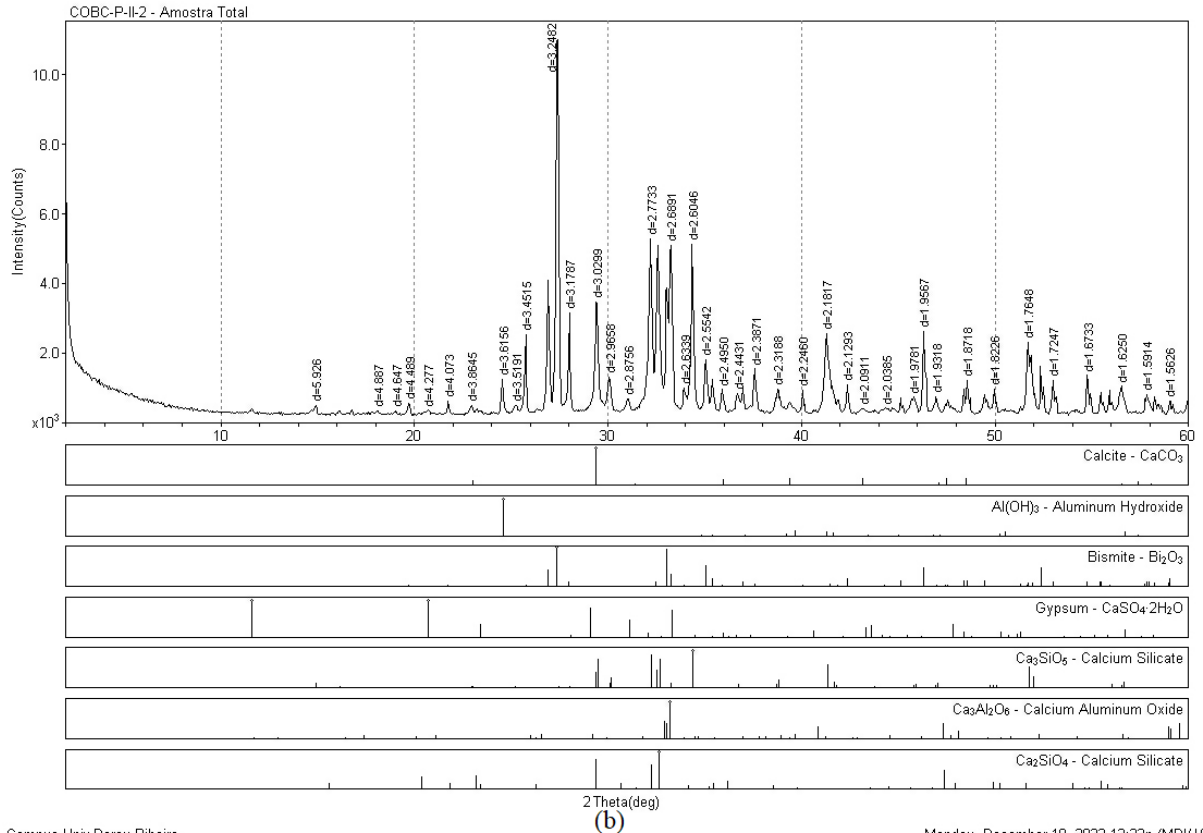
Além disso, foi observado que o método 2 revelou a presença de um total de 27 picos no difratograma, enquanto o método 1 identificou apenas 22 picos. Essa diferença indica que 5 picos não foram detectados pelo método 1, resultando em uma limitação de detecção. No entanto, é importante destacar que os picos não identificados pelo método 1, como os picos de  $\text{C}_3\text{A}$  em  $2\theta = 25,15^\circ$  e de  $\text{C}_3\text{S}$  em  $2\theta = 46,9^\circ$ , não correspondem aos picos principais desses compostos. Portanto, a não detecção desses compostos na análise realizada com o método 1 não seria impeditiva, apesar da menor intensidade.

e) COBC PII: MTA Pro-Root branco



Campus Univ Darcy Ribeiro

Monday, December 19, 2022 12:33p (MDI/JADE9)



Campus Univ Darcy Ribeiro

Monday, December 19, 2022 12:33p (MDI/JADE9)

Figura 39: Difratoograma: (a) COBC PII-1; (b) COBC PII-2.



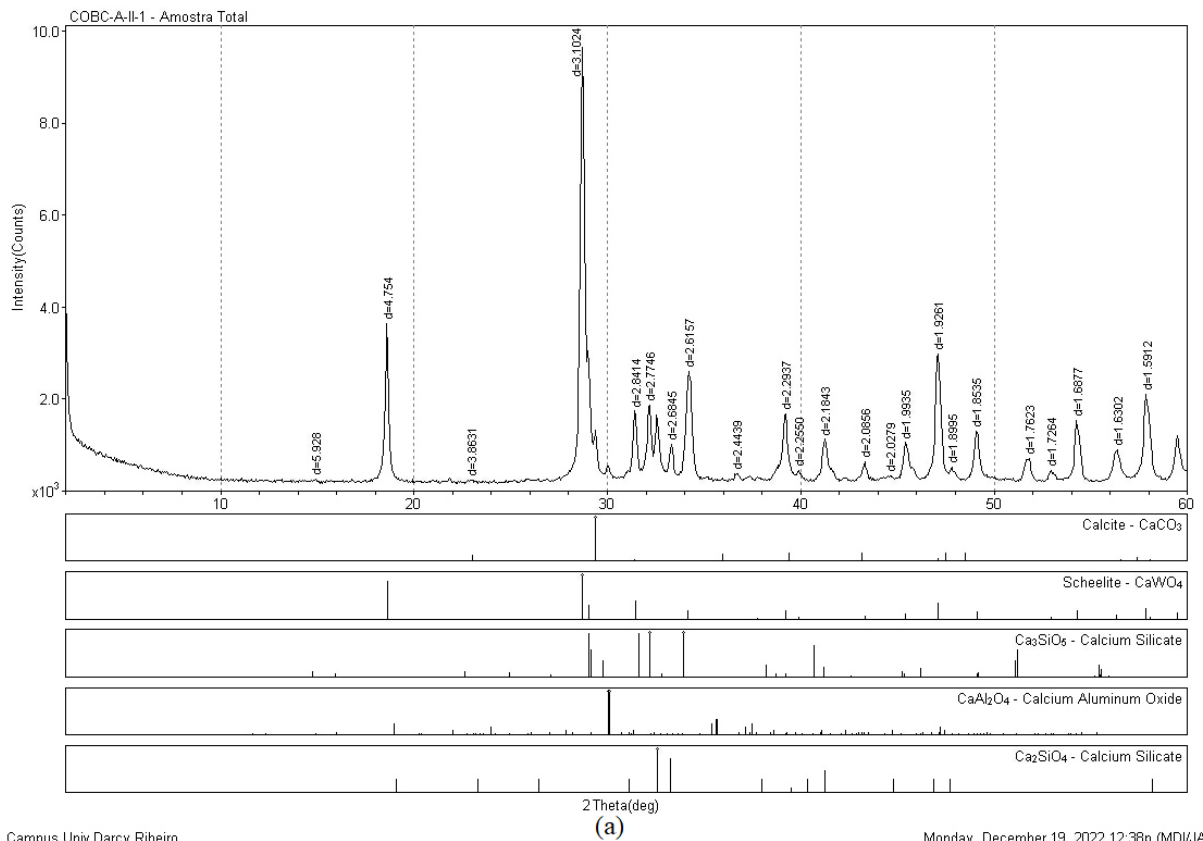
A composição mineralógica do COBC PII é apresentada nos difratogramas mostrados na Figura 39. Nas análises, foram identificadas como fases majoritárias o silicato de cálcio ( $\text{Ca}_3\text{SiO}_5$  ou alita), a gipsita ( $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ), a calcita ( $\text{CaCO}_3$ ) e o óxido de bismuto ( $\text{Bi}_2\text{O}_3$ ). As fases principais, para essa análise, foram encontradas em  $2\theta = 15^\circ, 34,25^\circ; 41,3^\circ; 46,9^\circ$  e  $51,8^\circ$  para o  $\text{C}_3\text{S}$ ,  $2\theta = 11,45^\circ, 23,10^\circ, 29,1^\circ$  e  $31^\circ$  para a gipsita,  $2\theta = 29,5^\circ$  e  $39^\circ$  para a calcita e  $2\theta = 25,7^\circ, 27,3^\circ$  e  $46,4^\circ$  para o óxido de bismuto.

Os difratogramas produzidos pela aplicação de ambos os métodos de análise ao COBC PII, com cerca de 10.000 cs (counts) cada, mostram claramente que os picos produzidos pelo método 2 são significativamente mais intensos do que os picos produzidos pelo método 1. Especificamente, o pico principal no método 2 apresenta uma intensidade de 11000 cs, enquanto no método 1 essa intensidade é de 7000 cs.

Adicionalmente, constatou-se que o método 2 revelou a presença de um total de 37 picos no difratograma, enquanto o método 1 identificou apenas 31 picos. Essa disparidade sugere que 6 picos não foram detectados pelo método 1, evidenciando uma limitação na sua capacidade de detecção.

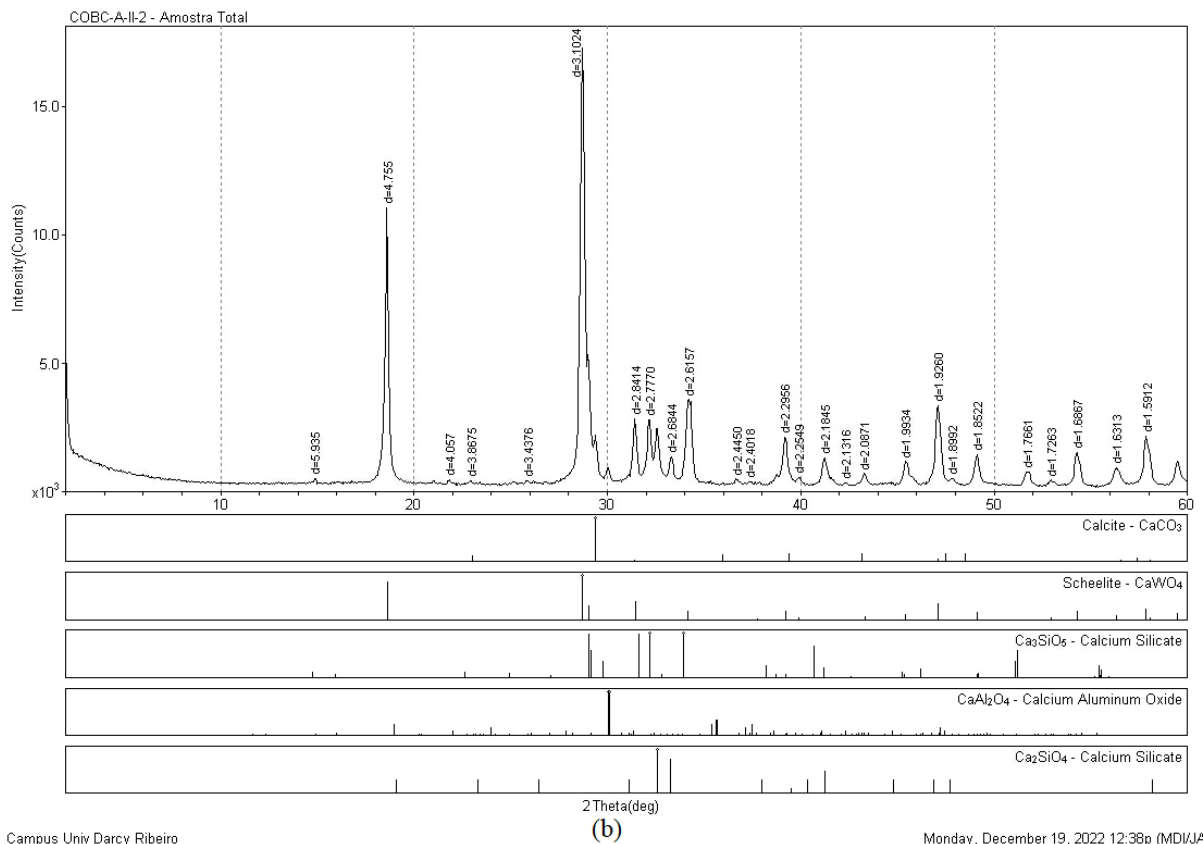
Notavelmente, entre os picos não identificados pelo método 1, destaca-se a ausência do pico principal correspondente ao gesso em  $2\theta = 23,10^\circ$ . Essa limitação na detecção do gesso é relevante para a análise comparativa, uma vez que os cimentos utilizados na construção civil incorporam esse composto, ao passo que os cimentos odontológicos da Angelus não o apresentam em sua composição. A presença do gesso exerce um impacto substancial em várias propriedades dos cimentos, especialmente no seu tempo de pega/presa. Portanto, a falha em detectar esse pico comprometeria a integridade da análise comparativa entre os cimentos investigados.

f) COBC AII: MTA Angelus branco



Campus Univ Darcy Ribeiro

Monday, December 19, 2022 12:38p (MDI/JADE9)



Campus Univ Darcy Ribeiro

Monday, December 19, 2022 12:38p (MDI/JADE9)

Figura 40: Difratoograma: (a) COBC AII-1; (b) COBC AII-2.

A composição mineralógica do COBC AII é apresentada nos difratogramas mostrados na Figura 40. Nas análises, foram identificadas como fases majoritárias o silicato tricálcico ( $\text{Ca}_3\text{SiO}_5$  ou alita), o silicato dicálcico ( $\text{Ca}_2\text{SiO}_4$  ou belita), a calcita ( $\text{CaCO}_3$ ) e o tungstato de cálcio (Scheelita ou  $\text{CaWO}_4$ ). As fases principais desses compostos foram encontradas em  $2\theta = 15^\circ$ ;  $34,25^\circ$ ;  $41,3^\circ$ ,  $46,9^\circ$  e  $51,8^\circ$  para o  $\text{C}_3\text{S}$ ,  $2\theta = 8,9^\circ$ ,  $32,2^\circ$ ;  $39^\circ$  e  $41,3^\circ$  para o  $\text{C}_2\text{S}$ ,  $2\theta = 29,5^\circ$  e  $39^\circ$  para a calcita e  $2\theta = 18,65^\circ$  e  $28,9^\circ$  para o tungstato de cálcio.

Ao realizar a análise dos difratogramas obtidos pelos dois métodos para o cimento odontológico à base de clínquer da Angelus branco (COBC AII), foi observada uma discrepância na intensidade dos picos identificados, assim como ocorreu para o cimento cinza (COBC AI). O método 2 demonstrou um pico com intensidade máxima superior a 15000 cs (counts), enquanto o método 1 apresentou uma intensidade máxima inferior a 10000 cs. Essa diferença na intensidade dos picos sugere que os picos identificados pelo método 2 exibem uma maior intensidade em comparação aos picos obtidos pelo método 1.

Adicionalmente, constatou-se que o método 2 revelou a presença de um total de 25 picos no difratograma, enquanto o método 1 identificou apenas 22 picos. Essa disparidade mostra que 3 picos não foram detectados pelo método 1. Especificamente, os picos correspondentes ao  $\text{C}_3\text{A}$  ( $2\theta = 21,9^\circ$  e  $37,4^\circ$ ) e ao  $\text{C}_2\text{S}$  ( $2\theta = 25,9^\circ$ ) foram identificados somente pelo método 2.

Após a conclusão das análises entre os métodos, os difratogramas do método 2 revelaram uma maior quantidade de picos e maior intensidade em comparação aos difratogramas obtidos pelo método de preenchimento da semiesfera (Método 1), conforme já se encaixava no capítulo anterior. Em virtude disso, os difratogramas produzidos pelo método desenvolvido na pesquisa, utilizando o preenchimento de cimento em forma de filete (Método 2), serão empregados nas posteriores análises comparativas.

#### *4.1.2.3 Difração de raios-X nos cimentos anidros: Comparação entre os compostos presentes nos cimentos de cada grupo de estudo*

A seguir, são apresentados os resultados das análises de DRX dos seis tipos de cimentos anidros. Para a comparação entre os cimentos em cada grupo, foram realizadas as análises com preenchimento de cimento em forma de filete por ter se apresentado como o ensaio mais adequado para caracterização dos materiais neste trabalho. Nas comparações entre os cimentos, foram realizadas comparações e análises dos compostos cristalinos presentes e ausentes em cada cimento.

Nos resultados das análises comparativas, serão utilizadas as legendas (abreviaturas) apresentadas na Tabela 11:

Tabela 11: Legenda para os principais compostos encontrados nos cimentos anidros.

Nome do composto	Composição em óxidos	Abreviatura
Silicato tricálcico (Alita)	$3\text{CaO}.\text{SiO}_2$	$\text{C}_3\text{S}$
Silicato dicálcico (Belita)	$2\text{CaO}.\text{SiO}_2$	$\text{C}_2\text{S}$
Aluminato tricálcico	$3\text{CaO}.\text{Al}_2\text{O}_3$	$\text{C}_3\text{A}$
Ferroaluminato tetracálcico (Ferrita)	$4\text{CaO}.\text{Al}_2\text{O}_3.\text{Fe}_2\text{O}_3$	$\text{C}_4\text{AF}$
Carbonato de cálcio (Calcita)	$\text{CaCO}_3$	Ca
Óxido de magnésio (Periclásio)	$\text{MgO}$	M
Sulfato de cálcio hidratado (Gesso)	$\text{CaSO}_4.2\text{H}_2\text{O}$	G
Óxido de bismuto	$\text{Bi}_2\text{O}_3$	Bi
Tungstato de cálcio (Scheelita)	$\text{CaWO}_4$	Sc

a) Comparação entre os cimentos cinzas anidros presentes no Grupo I com o método intermediário de análise adotado (Método 2).

A seguir, é apresentada a comparação entre os cimentos cinzas presentes no Grupo I com o método intermediário de análise adotado (Método 2). Na Figura 41, os difratogramas dos três cimentos são colocados sobre a mesma intensidade de seus picos.

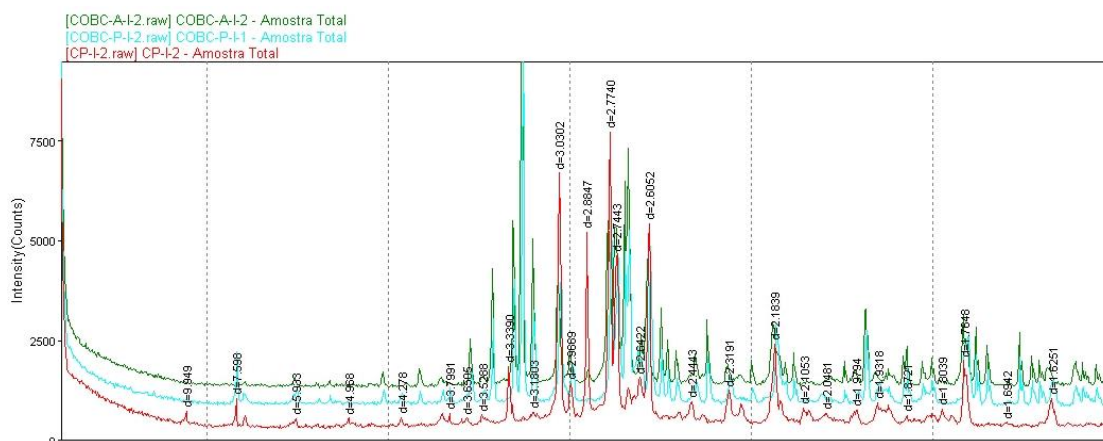


Figura 41: Comparativo com a intensidade dos picos entre os difratogramas dos cimentos anidros cinzas.

Já a Figura 42 foi criada com o objetivo de melhorar a visualização da análise, alterando o posicionamento inicial das intensidades nos difratogramas para criar um espaçamento

adequado entre eles. É importante ressaltar que essa modificação foi feita apenas no ponto inicial dos difratogramas e não afetou a intensidade dos picos.

A Figura 42 também foi elaborada com uma maior precisão na descrição dos ângulos, permitindo uma visualização mais detalhada dos picos característicos de cada composto. Essa abordagem visa facilitar as análises comparativas, fornecendo informações mais precisas sobre as características estruturais dos materiais em estudo.

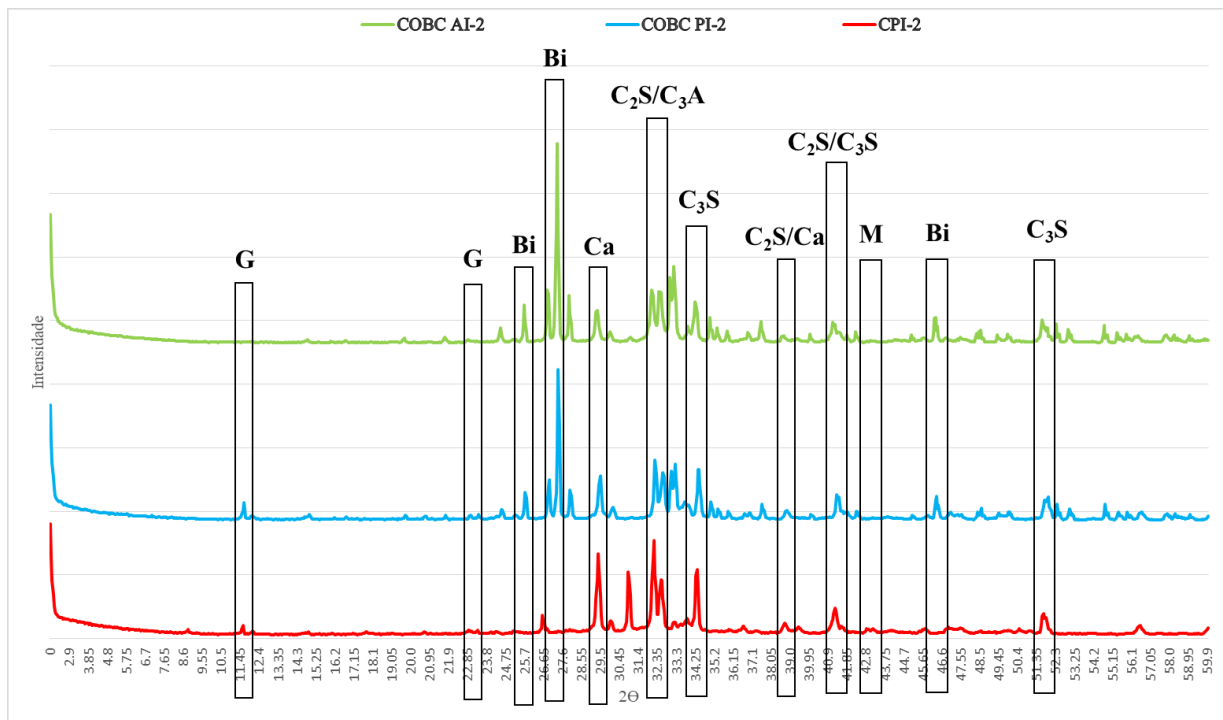


Figura 42: Ampliação do comparativo dos difratogramas dos cimentos anidros do grupo 1 com detecção dos compostos.

Em resumo, os difratogramas referentes aos cimentos estudados em sua fase anidra, apresentados na Figura 41 e na Figura 42, revelaram a presença das fases típicas do clínquer de cimento Portland, a saber: alita ( $C_3S$ ) e belita ( $C_2S$ ), bem como a presença de calcita ( $CaCO_3$ ), aluminato tricálcico ( $C_3A$ ) e gipsita ( $CaSO_4 \cdot 2H_2O$ ). Foram observadas pequenas variações na presença desses compostos entre os diferentes tipos de cimentos, sendo um dos destaques a ausência de gipsita nos COBCs da marca Angelus.

Outra diferença observada entre os materiais é a presença do óxido de bismuto ( $Bi_2O_3$ ) como agente radiopacificador nos COBCs. A adição desse componente, um composto de alta densidade, tem como objetivo conferir propriedades radiopacas aos COBCs, permitindo uma visualização mais nítida em radiografias durante os procedimentos odontológicos. Essa

inclusão demonstra o contínuo empenho em aprimorar e adaptar os cimentos utilizados na área odontológica, aproveitando-se da base do CPC.

Na Figura 42, é possível observar os padrões de difração dos cimentos cinzas investigados, onde é possível verificar esses picos de  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  exclusivos dos COBCs em  $2\theta = 25,7^\circ$ ,  $27,3^\circ$  e  $46,4^\circ$ , sendo o composto com maior intensidade de pico nestes cimentos. Essa presença se deve à sua alta representatividade, cerca de 25% de suas composições, como confirmado pelos resultados de FRX apresentados na Tabela 9.

Além disso, na Figura 42, é possível observar picos similares de  $\text{C}_2\text{S}$  ( $2\theta = 32,2^\circ$ ;  $39^\circ$  e  $41,3^\circ$ ) e  $\text{C}_3\text{S}$  ( $2\theta = 34,25^\circ$ ;  $41,3^\circ$  e  $51,8^\circ$ ) em todos os materiais, bem como a presença da calcita ( $2\theta = 29,4^\circ$  e  $39^\circ$ ). A gipsita, por sua vez, foi identificada no CPC I e no COBC PI de forma mais evidente em  $2\theta = 11,45^\circ$  e  $23,10^\circ$ , enquanto está ausente no COBC AI. Encontra-se também a gipsita em outros picos relevantes que se somam a outros compostos tais como em  $2\theta = 29,1^\circ$  e  $31^\circ$ .

A gipsita é um mineral que, similarmente à calcita, apresenta em sua composição química uma quantidade significativa de cálcio. Esse material em questão é utilizado com o objetivo de regular o tempo de pega e afeta diretamente a resistência mecânica final das pastas de cimento (MOREIRA; REGO, 2020). Na área da construção civil, de acordo com Mehta & Monteiro (2014), devido à rápida reação do  $\text{C}_3\text{A}$ , é essencial adotar medidas, como o uso de uma quantidade adequada de gipsita, a fim de evitar a ocorrência de pega imediata do cimento Portland e, assim, prevenir problemas durante a aplicação do material cimentício.

No entanto, na área da Odontologia, há uma busca por agilidade nas aplicações e no endurecimento dos cimentos. Isso levou à omissão do sulfato de cálcio (gesso), um dos componentes químicos do CPC I e COBC PI, nas formulações dos MTAs/COBCs nacionais (COBC AI). Essa modificação foi feita com o objetivo de resolver o problema dos prolongados períodos de tempo de presa durante as aplicações clínicas. Isso ocorreu porque, embora o MTA/COBC tenha alcançado um grande sucesso, suas desvantagens, como o tempo de presa prolongado, descoloração e más propriedades de manuseio, levaram à necessidade de melhorias (AMEZCUA et. al., 2015).

Em uma nova análise nos resultados dos difratogramas, foram observados picos pouco proeminentes na posição de  $2\theta = 43,2^\circ$ , que podem ser atribuídos à presença do óxido de magnésio ( $\text{MgO}$ ). Nessa análise, foi possível notar um pico mais evidente no CPC I em

comparação aos COBCs. Essa observação é consistente com os resultados obtidos na análise de FRX, conforme apresentado na Tabela 9, onde é evidenciada uma maior presença de periclásio no CPC I em comparação ao COBC PI e ao COBC AI.

Essa diferença na presença de periclásio entre os cimentos pode ser explicada pelas diferentes formulações e composições dos materiais. É necessário ressaltar que a presença de periclásio pode afetar as propriedades físicas e químicas do cimento, por isso é necessário um controle adequado durante o processo de produção. A ABNT NBR 16697:2018 estabelece um limite para a quantidade permitida de periclásio no CPC ( $< 6,5\%$ ). Para garantir a qualidade e a conformidade dos cimentos com as especificações desejadas, a identificação e quantificação do periclásio são essenciais.

Como resultado, é observada uma notável semelhança entre os cimentos cinzas em termos de composição e propriedades, com apenas pequenas variações, conforme evidenciado nesta seção. Embora ocorram ligeiras variações nos teores dos diferentes componentes entre os cimentos cinzas, essas diferenças costumam ser mínimas.

Os compostos identificados apresentaram semelhanças com os resultados obtidos por Ou, Ma e Jian (2011), que utilizaram a técnica de análise por difração de raios-X (DRX) para determinar os compostos presentes no cimento cinza não hidratado. Os principais componentes identificados nos cimentos foram silicato tricálcico ( $C_3S$ ), silicato dicálcico ( $C_2S$ ) e gipsita.

Assim como se encontra em concordância com os estudos de Osiro, Kariuki e Gathece (2018), nas quais foram realizadas comparações entre o CPC cinza e MTA Pro-Root cinza. Os resultados mostraram padrões de difração de raios-X com picos semelhantes de  $C_2S$  e  $C_3S$  em ambos os materiais, indicando similaridade na composição química. Além disso, foram identificados picos exclusivos de  $Bi_2O_3$  no MTA Pro-Root cinza, evidenciando a presença desse composto no material. No entanto, é importante destacar que, devido à quantidade limitada de material disponível, apenas alguns picos foram identificados, limitando o estudo à identificação de apenas dois dos principais compostos presentes no clínquer, além do óxido de bismuto.

O presente estudo está em concordância também com a pesquisa conduzida por Islam *et al.* (2006) que compararam os componentes majoritários presentes no CPC cinza e no cimento Pro-Root MTA cinza por meio de difração de raios-X. Os principais componentes

identificados nos cimentos foram silicato tricálcico, silicato dicálcico, aluminato tricálcico e ferroaluminato tetracálcico, com a presença adicional de  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  somente no COBC PI.

Conforme mencionado por Camilleri *et al.* (2005), o MTA/COBC cinza é constituído predominantemente por cálcio, silício, alumínio, ferro, bismuto e oxigênio, sendo o cálcio e o silício os elementos químicos predominantes na sua composição. De acordo com as informações da empresa Angelus (2021), o MTA Angelus cinza é composto por silicato tricálcico, silicato dicálcico, aluminato tricálcico, óxido de cálcio, ferroaluminato tetracálcico e óxido de bismuto. Os difratogramas da Figura 41 e da Figura 42 apresentam a presença desses compostos, o que está de acordo com as informações dos autores mencionados e com a bula do COBC AI da fabricante.

A fabricante Dentsply Sirona (2023) afirma que o Pro-Root MTA é composto por 75% de clínquer de CPC, 5% de sulfato de cálcio di-hidratado (gesso) e 20% de óxido de bismuto. Nos difratogramas apresentados nesta seção, foi observada a presença desses compostos, corroborando a composição informada para o COBC PI.

b) Comparação entre os cimentos brancos presentes no Grupo II com o método intermediário de análise adotado (Método 2).

A seguir, é apresentada a comparação entre os cimentos brancos presentes no Grupo II com o método intermediário de análise adotado (Método 2). Os difratogramas dos três cimentos são colocados sob a mesma intensidade de seus picos, conforme mostrado na Figura 43.

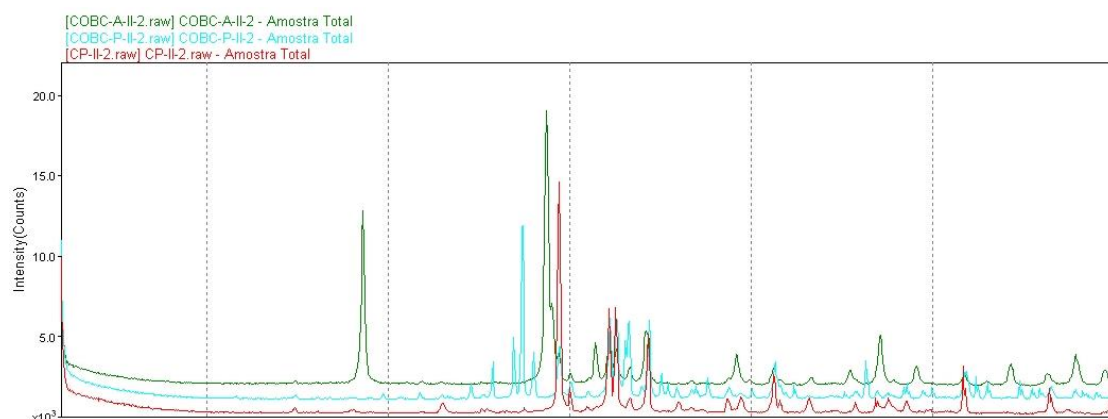


Figura 43: Comparativo com a intensidade dos picos entre os difratogramas dos cimentos anidros brancos.

Além disso, a Figura 44 foi desenvolvida para melhorar a visualização da análise. Foi modificado o posicionamento inicial das intensidades nos difratogramas para estabelecer um



espaço adequado entre eles, e a descrição dos ângulos foi elaborada com maior precisão, o que permitiu uma visão mais detalhada dos picos distintos de cada composto.

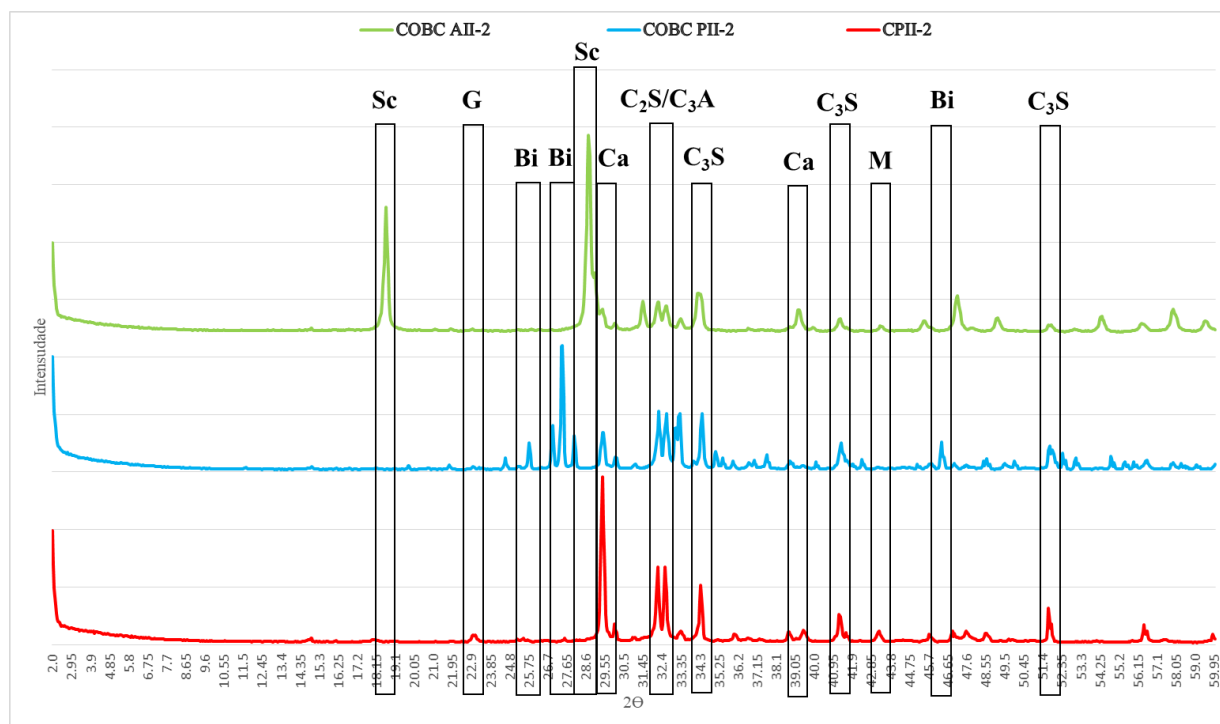


Figura 44: Ampliação do comparativo dos difratogramas dos cimentos anidros do grupo 2 com detecção dos compostos.

Em resumo, os difratogramas referentes aos cimentos estudados em sua fase anidra, apresentados na Figura 43 e na Figura 44, revelaram a presença das fases típicas do clínquer de cimento Portland, a saber: alita ( $C_3S$ ) e belita ( $C_2S$ ), bem como a presença de calcita ( $CaCO_3$ ), aluminato tricálcico ( $C_3A$ ) e gipsita ( $CaSO_4 \cdot 2H_2O$ ). Foram observadas pequenas variações na presença desses compostos entre os diferentes tipos de cimentos, sendo um dos destaques a ausência de gipsita nos COBCs da marca Angelus, assim como ocorreu para os cimentos cinzas.

Outra diferença observada entre os materiais em análise é a adição de óxido de bismuto e tungstato de cálcio como agentes radiopacificadores nos COBCs. O óxido de bismuto tem sido tradicionalmente utilizado como agente radiopacificador nesses materiais devido à sua alta densidade e capacidade de absorver raios X, conferindo uma maior opacidade radiográfica. No entanto, houve uma mudança na estrutura do COBC AII que manteve a composição do composto de cálcio e o óxido de bismuto foi substituído por tungstato de cálcio (ELREASH *et al.*, 2019).

Com o MTA/COBC se estabelecendo como um modelo padrão entre os materiais utilizados no mercado, ele tem sido extensivamente estudado ao longo dos anos para superar suas desvantagens (AMARAL, 2020). Um resultado notável dessa evolução foi a substituição do óxido de bismuto pelo tungstato de cálcio no MTA Angelus branco. Essa mudança foi motivada pela observação de um efeito estético indesejado nos pacientes, causado pela presença do óxido de bismuto em sua composição, resultando na descoloração dos cimentos (AMARAL, 2020). O tungstato de cálcio também possui alta densidade e capacidade de absorção de raios X, o que o torna um excelente agente radiopacificador.

O mesmo desafio se aplica ao COBC PII, conforme relatado por Kaur *et al.* (2017) que, embora o MTA Pro-Root tenha demonstrado alta eficácia clínica, alguns problemas persistem, tais como o tempo prolongado de presa, dificuldades na manipulação e possíveis descolorações coronárias e gengivais. Estudos têm indicado que a descoloração está relacionada à presença do radiopacificador óxido de bismuto. Como alternativa, a substituição desse componente pelo óxido de zircônio ou tungstato de cálcio tem sido considerada, porém observa-se que grandes quantidades dessas substâncias são necessárias para conferir a mesma radiopacidade do óxido de bismuto, o que pode acarretar na deterioração de certas propriedades físicas e químicas do material (DUARTE *et al.*, 2018).

Na Figura 44, é possível verificar esses picos de bismuta ( $\text{Bi}_2\text{O}_3$ ), exclusivos do COBC PII, em  $2\theta = 25,7^\circ$ ,  $27,3^\circ$  e  $46,4^\circ$ , bem como os picos de scheelita ( $\text{CaWO}_4$ ), exclusivos do COBC AII, em  $2\theta = 18,65^\circ$  e  $28,9^\circ$ . Esses compostos são os que apresentam maior intensidade de pico nos cimentos analisados devido à sua presença significativa nesses cimentos, representando cerca de 25% de suas composições, como confirmado pelos resultados de FRX apresentados na Tabela 10.

Assim como afirmam Werlang *et al.* (2015), a adição de agentes radiopacificadores nos COBCs é de extrema importância, uma vez que permite uma melhor visualização radiográfica durante procedimentos odontológicos. Isso é essencial para auxiliar no diagnóstico, planejamento e acompanhamento de tratamentos odontológicos, garantindo uma maior precisão e qualidade dos exames radiográficos.

A Figura 44 exibe os padrões de difração dos cimentos brancos investigados, revelando a presença de picos semelhantes de  $\text{C}_2\text{S}$  ( $2\theta = 32,2^\circ$ ,  $39^\circ$  e  $41,3^\circ$ ) e  $\text{C}_3\text{S}$  ( $2\theta = 34,25^\circ$ ,  $41,3^\circ$  e  $51,8^\circ$ ) em todos os materiais. Além disso, é possível identificar a presença de calcita ( $2\theta =$

29,4° e 39°). A gipsita, por sua vez, é observada no CPC II e no COBC PII, com pico principal em  $2\theta = 23,10^\circ$ , enquanto está ausente no COBC AII.

Da mesma forma que ocorreu nos cimentos cinzas, o sulfato de cálcio (gesso), que é um dos constituintes químicos do CPC II e do COBC PII, foi eliminado das formulações dos MTAs/COBCs brancos nacionais para solucionar a questão do prolongado tempo de presa desses cimentos.

Na análise de DRX, foram observados picos pouco proeminentes na posição de  $2\theta = 43,2^\circ$ , que podem ser atribuídos à presença do periclásio (MgO). Nessa análise, foi possível notar um pico mais evidente no CPC II em comparação aos cimentos odontológicos. Essa observação é consistente com os resultados obtidos na análise de FRX, conforme apresentado na Tabela 10, onde é evidenciada uma maior presença de óxido de magnésio no CPC II em comparação ao COBC PII e ao COBC AII. É importante ressaltar que a presença de periclásio pode ter impacto nas propriedades físicas e químicas do cimento, portanto, um controle adequado durante o processo de produção é necessário. A norma ABNT NBR 16697:2018 estabelece um limite máximo permitido de periclásio no cimento da construção civil (inferior a 6,5%).

Como consequência, constata-se igualmente uma notável semelhança entre os cimentos brancos no que se refere à sua composição e propriedades, havendo apenas pequenas variações, como evidenciado nesta seção.

A análise realizada neste estudo está em concordância com os resultados encontrados por Abigailt *et al.* (2016), os quais identificaram três fases presentes no CPC branco e no MTA Angelus branco. Essas fases são o silicato dicálcico ( $C_2S$ ), com reflexões de ângulos  $2\theta$  em  $32,07^\circ$ ;  $32,2^\circ$ ;  $32,62^\circ$  e  $34,41^\circ$ ; o silicato tricálcico ( $C_3S$ ), com picos mais intensos em  $29,35^\circ$ ;  $32,19^\circ$ ;  $34,35^\circ$  e  $41,29^\circ$ ; o aluminato tricálcico ( $C_3A$ ), com picos mais pronunciados em  $33,16^\circ$ ;  $47,62^\circ$  e  $59,27^\circ$ . O sulfato de cálcio na forma de gesso, com reflexões mais pronunciadas em  $11,64^\circ$ ;  $20,73^\circ$  e  $43,47^\circ$  foi encontrado somente no CPC II, o que também corrobora com a presente pesquisa.

No entanto, houve uma divergência em relação ao estudo de Abigailt *et al.* (2016), que detectou a presença do bismuto com ângulos  $2\theta$  em  $26,92^\circ$ ;  $27,37^\circ$  e  $33,03^\circ$  no MTA Angelus branco. Na presente análise, foi detectado o tungstato de cálcio (scheelita), com ângulos em  $2\theta = 18,65^\circ$  e  $28,9^\circ$ . No entanto, sabe-se que nos últimos anos o tungstato de cálcio é o

radiopacificador utilizado pela empresa Angelus, substituindo o óxido de bismuto devido a alterações de cor que esta última causava no MTA branco (MARCIANO; DUARTE; CAMILLERI, 2016).

O presente trabalho também corrobora com o exposto por Mahmoud *et al.* (2022) que compararam 5 tipos diferentes de cimentos hidráulicos à base de silicato de cálcio (CSC): cimento Portland branco, Pro-Root MTA branco, MTA branco Angelus, Biodentine e Endosequence. Na análise de difração de raios X (DRX), observou-se que as amostras de cimentos anidros, testadas neste estudo, foram compostas principalmente por silicato tricálcico ( $\text{Ca}_3\text{SiO}_5$ ), silicato dicálcico ( $\text{Ca}_2\text{SiO}_4$ ) e aluminato tricálcico ( $\text{Ca}_3\text{Al}_2\text{O}_6$ ), que são os principais compostos presentes nos cimentos brancos desse estudo (CP II, COBC PII e COBC AII). Os radiopacificadores foram encontrados exclusivamente nos cimentos odontológicos (COBC PII e COBC AII), e uma estrutura cristalina de óxido de bismuto foi identificada. Essa descoberta difere do estudo realizado por Mahmoud *et al.* (2022) que detectou o óxido de bismuto (bismita) no MTA branco Angelus e, nesse estudo, foi detectado o tungstato de cálcio (scheelita) como radiopacificador desse cimento.

O presente estudo está em concordância com a pesquisa conduzida por Islam *et al.* (2006), que compararam os componentes majoritários presentes no CPC branco e no cimento Pro-Root MTA branco por meio de difração de raios-X. Os resultados revelaram a presença dos principais componentes identificados no cimento, incluindo o silicato tricálcico, silicato dicálcico, aluminato tricálcico e ferroaluminato tetracálcico. O COBC PII contou com a presença adicional do  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ . Essa total concordância fortalece as evidências de similaridade na composição química entre os cimentos estudados (CPC II e COBC PII), contribuindo para um maior entendimento sobre suas propriedades e características.

A fabricante Dentsply (2023) afirma que o Pro-Root MTA é composto por 75% de clínquer de cimento Portland, 5% de sulfato de cálcio di-hidratado (gesso) e 20% de óxido de bismuto. Nos difratogramas apresentados nesta seção, foi observada a presença desses compostos, corroborando a composição informada para o COBC PII.

Os resultados obtidos neste estudo confirmaram a presença de calcita e larnita, concordando com os achados de Rocha *et al.* (2015) que investigaram o MTA Angelus branco por meio de análise de DRX. No entanto, houve discordância em relação à presença de bismita,

vesuvianita e bassanita, uma vez que esses compostos não foram identificados entre os picos principais desta análise.

De acordo com Camilleri *et al.* (2005), o MTA/COBC branco possui em sua composição os elementos cálcio, silício, bismuto e oxigênio, sendo o cálcio e o silício os elementos químicos dominantes. Segundo informações do fabricante Angelus (2021), os MTA Angelus branco é composto por silicato tricálcico, silicato dicálcico, aluminato tricálcico, óxido de cálcio e tungstato de cálcio. No difratograma apresentado na Figura 44, foi possível identificar a presença dos compostos mencionados, o que está em concordância parcial com os autores citados, levando em consideração a substituição do óxido de bismuto pelo tungstato de cálcio. Além disso, os resultados estão em total acordo com as informações fornecidas na bula atual da empresa Angelus.

#### 4.1.3 Superfície específica - BET

Todos os ensaios de Superfície específica BET foram realizados no Laboratório de Materiais Cerâmicos da Universidade Federal do Rio Grande do Sul (LACER/UFRGS). A área superficial específica foi determinada pelo método de B.E.T. para os seis tipos de cimentos estudados. Através deste ensaio, verificou-se que todas as áreas específicas dos cimentos odontológicos à base de clínquer (COBCs) foram superiores às áreas específicas encontradas nos cimentos Portland da construção civil (CPCs), como é possível observar na Tabela 12.

Tabela 12: Distribuição das superfícies específicas BET encontradas para os cimentos estudados.

Cimento	Área específica B.E.T. (m <sup>2</sup> /g)
CPC I	2,940
CPC II	2,388
COBC AI	3,937
COBC AII	5,045
COBC PI	3,926
COBC PII	4,077

De acordo com Santos *et al.* (2019), uma maior área superficial irá consumir maior quantidade de água do traço. Dessa forma, se uma amostra apresenta uma área superficial maior, é possível deduzir que será necessária uma quantidade maior de água durante a mistura para alcançar a consistência desejada. Isso ocorre porque as partículas estarão em maior contato com a água, o que resulta em uma maior absorção de água pelos grãos de cimento.

Essa absorção de água pelas partículas do cimento pode ser responsável pelo aspecto mais "arenoso" identificado ao misturar os COBCs utilizados nessa pesquisa, em comparação com os cimentos da construção civil (CPC I e CPC II), com a quantidade especificada de água, que correspondeu a 0,26g de água para cada 1g de cimento. Angelus (2021) afirmou que os cimentos COBC AI e COBC AII apresentam esse comportamento após sua hidratação, pois o cimento apresenta uma consistência arenosa semelhante ao amálgama imediatamente após a trituração, mas com mais umidade. Esse comportamento também foi observado no COBC PI e no COBC PII.

Ao realizar uma análise mais detalhada, considerando os cimentos cinzas incluídos no Grupo 1 de análise, observa-se que os COBCs apresentam superfícies específicas semelhantes, com valores de 3,937 m<sup>2</sup>/g para COBC AI e 3,926 m<sup>2</sup>/g para COBC PI. Esses valores são superiores à superfície específica do cimento da construção civil CPC I, que é de 2,940 m<sup>2</sup>/g, como indicado na Tabela 13.

Tabela 13: Distribuição das superfícies específicas BET encontradas para os cimentos cinzas.

Cimentos cinzas	Área específica B.E.T. (m <sup>2</sup> /g)
CPC I	2,940
COBC PI	3,926
COBC AI	3,937

Assim, como a área específica BET pode ser usada para determinar a disponibilidade da área das partículas para interagir com espécies químicas futuras e para prever a potencial necessidade de água na mistura (ABRÃO; CARDOSO; JOHN, 2020), acredita-se que os cimentos odontológicos cinzas (COBC PI e COBC AI) apresentem uma maior demanda de água e facilitem interações químicas.

Outro aspecto relevante é que, de acordo com Santos *et al.* (2019), a presença de uma superfície específica elevada pode resultar em uma diminuição da trabalhabilidade dos cimentos após a hidratação, o que é considerado indesejável em aplicações na construção civil. No entanto, essa característica pode ser considerada apropriada para aplicações clínicas na área da Odontologia em situações em que é necessário realizar procedimentos de forma rápida e em um ambiente com constante umidade.

Ainda que essa tendência seja parcialmente observada nos cimentos brancos analisados no Grupo 2, é importante destacar uma diferença mais significativa entre os cimentos odontológicos COBC AII (5,045 m<sup>2</sup>/g) e COBC PII (4,077 m<sup>2</sup>/g), bem como uma diferença

ainda mais notável entre os COBCs brancos e o CPC II (2,388 m<sup>2</sup>/g), como evidenciado na Tabela 14.

Tabela 14: Distribuição das superfícies específicas BET encontradas para os cimentos brancos.

Cimentos brancos	Área específica B.E.T. (m <sup>2</sup> /g)
CPC II	2,388
COBC PII	4,077
COBC AII	5,045

Com base nos resultados obtidos para os cimentos cinzas, é razoável inferir que os cimentos odontológicos brancos (COBC PII e COBC AII) também apresentem uma maior demanda por água e facilitem interações químicas em comparação com o cimento da construção civil (CPC II). Conseqüentemente, conforme afirmado por Ribeiro & Morelli (2014), a avaliação da superfície específica BET é necessária para examinar a reatividade do material e a disponibilidade de superfície dos materiais em interação com outras espécies químicas. Além disso, esse parâmetro pode exercer uma influência significativa em várias características analisadas nos cimentos, como tempo de presa, trabalhabilidade e resistência à compressão (SAGHIRI *et al.*, 2020; SANTOS *et al.*, 2019; CORDEIRO *et al.*, 2006).

O estudo realizado por Saghiri *et al.* (2020), sobre a avaliação da ativação mecânica e síntese química para modificação do tamanho de partícula do MTA branco da Angelus, constatou que o uso do tamanho de partícula mais fino no MTA/COBC branco reduziu o tempo de presa inicial, que é uma preocupação importante na aplicação desses cimentos na Odontologia. Além disso, no estudo conduzido por Cordeiro *et al.* (2006), que utilizou o ensaio BET para avaliar a área superficial específica de cascas de arroz para serem incrementadas aos cimentos, os resultados obtidos revelaram que uma área superficial específica mais elevada acelerou a hidratação e influenciou a resistência à compressão dos materiais. Essas observações sugerem que a área superficial específica pode desempenhar um papel na modificação do tempo de presa e da resistência mecânica dos cimentos.

#### 4.1.4 Granulometria por raio laser

A Figura 45 exibe as curvas de distribuição acumulada derivadas das análises de granulometria realizadas nos cimentos cinzas do Grupo 1. Esses gráficos proporcionam uma compreensão valiosa da composição granulométrica dos materiais, ilustrando separadamente a forma como as partículas estão distribuídas em relação ao tamanho em cada cimento cinza.

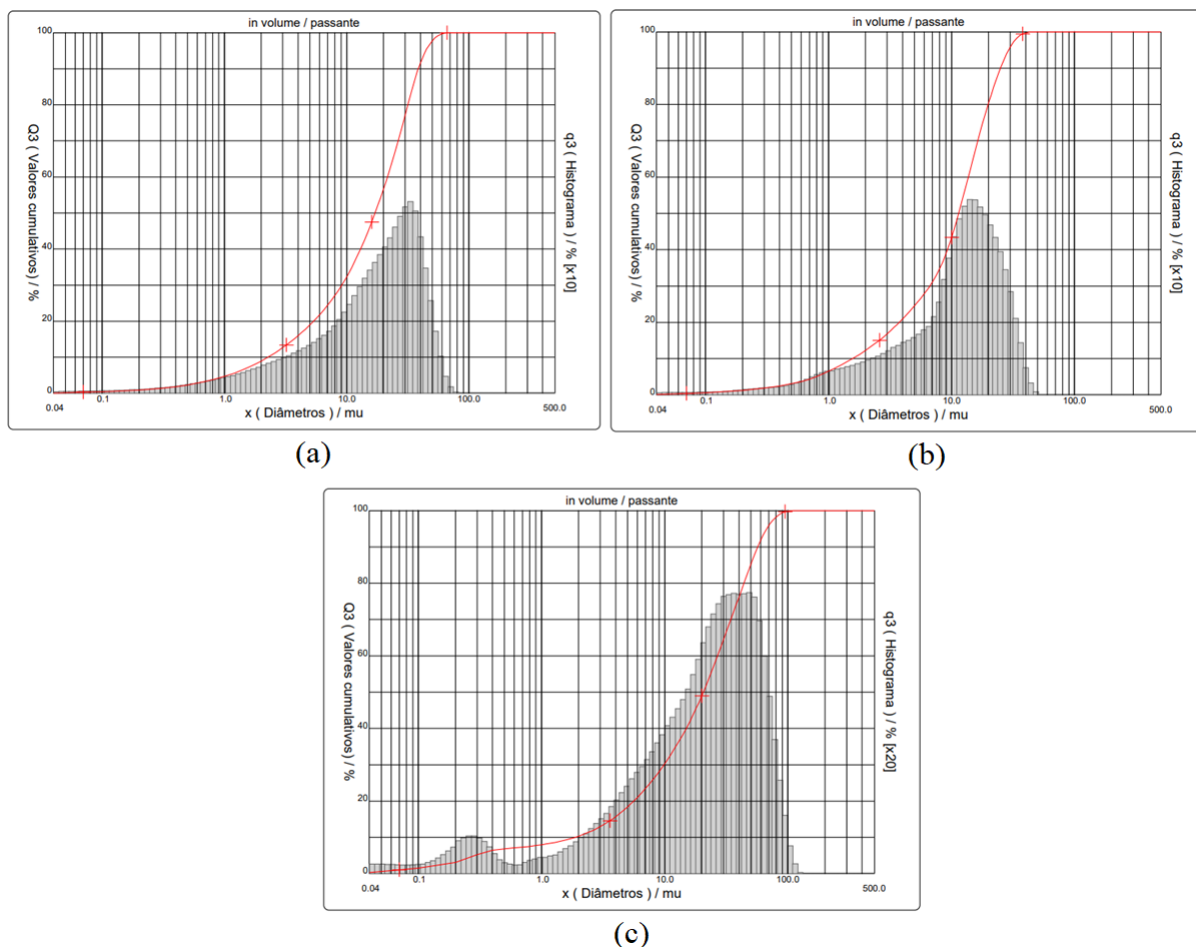


Figura 45: Distribuição granulométrica do Grupo 1: a) CPC I; b) COBC PI c) COBC AI.

A granulometria dos cimentos foi classificada como contínua e sua caracterização quanto à frequência acumulada pode ser encontrada na Tabela 15. Essa caracterização se baseia em quatro diâmetros: o D10 (que indica que 10% das partículas estão abaixo desse diâmetro), o D50 (que corresponde ao diâmetro mediano, com 50% das partículas abaixo e 50% acima desse diâmetro), o D90 (que indica que 90% das partículas estão abaixo desse diâmetro) e o diâmetro médio.

Tabela 15: Distribuição de frequências acumuladas da granulometria dos cimentos do Grupo 1.

Material	D10 ( $\mu\text{m}$ )	D50 ( $\mu\text{m}$ )	D90 ( $\mu\text{m}$ )	Diâmetro médio
CPC I	2,27	17,07	38,57	19,12
COBC PI	1,57	11,42	24,99	12,49
COBC AI	1,86	20,60	56,83	25,52

Surpreendentemente, os resultados revelaram que o COBC AI apresentou o maior diâmetro médio de partículas (25,52  $\mu\text{m}$ ) em comparação ao CPC I (19,12  $\mu\text{m}$ ) e ao COBC PI (12,49



µm), contrariando as expectativas baseadas na sua maior superfície específica BET. A correlação entre esses ensaios é importante, uma vez que materiais de granulometria semelhante podem apresentar diferentes áreas superficiais devido aos vazios interiores, a forma e rugosidade das partículas (CORDEIRO, 2006). Esses resultados indicam que outras técnicas devem ser empregadas para uma análise mais aprofundada, pois, conforme mencionado por Berenguer (2019), a superfície específica, obtida pela técnica de BET, pode ser influenciada e resultar em um maior valor de superfície específica do que deveria, devido à percolação do gás em certas formas de partículas do cimento, tais como cavidades, bastões, formas irregulares, entre outras. Sendo assim, pode-se afirmar com validade que a morfologia das partículas pode exercer influência nos resultados da superfície específica e deve ser considerada.

Os resultados obtidos para o COBC PI são consistentes com os valores de superfície específica BET, uma vez que esse cimento se mostrou o mais fino em todos os quatro parâmetros analisados na Tabela 15. Essa concordância entre a medição da superfície específica e a análise granulométrica aumenta a precisão das medições e demonstra a consistência dos dados do COBC PI.

A Figura 46 ilustra e compara as distribuições granulométricas dos cimentos cinzas, revelando semelhanças notáveis em suas características granulométricas. De fato, as curvas de distribuição apresentam certa similaridade até que o percentual passante acumulado atinja aproximadamente 10%. Essa observação é corroborada pela Tabela 15, que apresenta os valores de frequência acumulada para o D10 de cada cimento: 2,27 µm para o CPC I, 1,57 µm para o COBC PI e 1,86 µm para o COBC AI. No entanto, a partir desse ponto, torna-se evidente uma diferenciação mais significativa na granulometria dos cimentos cinzas, como também confirmado pela Tabela 15 e pela Figura 46.

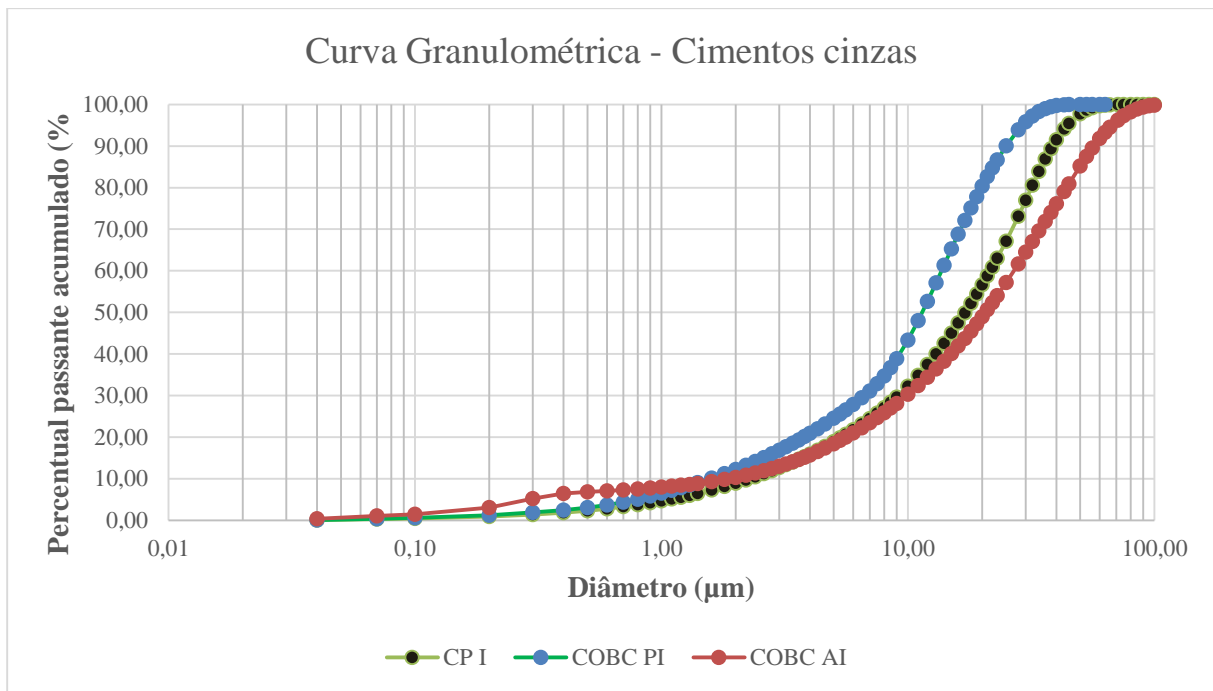


Figura 46: Distribuição granulométrica dos cimentos do Grupo 1.

As curvas granulométricas apresentadas estão em consonância com os valores de D10, D50 e D90 dos cimentos mencionados na Tabela 15, porém, fornecem um conjunto mais extenso de dados. Essa observação indica que a Figura 46 proporciona uma análise comparativa mais visual e abrangente, uma vez que complementa os resultados apresentados na forma tabular. A visualização das curvas permite uma compreensão mais completa das distribuições de tamanho de partículas dos cimentos em estudo, permitindo uma avaliação mais precisa das características granulométricas de cada material.

É interessante observar que os resultados obtidos neste estudo, em relação ao MTA Pro-Root cinza (COBC PI), diferem dos relatados por Lee *et al.* (1993). No estudo de Lee *et al.* (1993) foi mencionado que o tamanho das partículas do MTA Pro-Root cinza varia entre 1 a 10 μm. No entanto, na Figura 46 deste estudo, pode-se observar que o MTA Pro-Root cinza apresenta tanto partículas menores que 1 μm quanto partículas maiores que 10 μm, com algumas chegando até 30 μm.

Ao examinar as curvas de distribuição acumulada, é possível notar que o COBC AI inicialmente parece ser um material mais fino, pois sua curva granulométrica, apresentada na cor vermelha na Figura 46, está acima das outras curvas e apresenta um percentual passante acumulado ligeiramente maior que os demais cimentos até cerca de 10%. No entanto, a partir desse ponto, ocorre uma transição na comparação entre os cimentos, em que o COBC AI gradualmente deixa de ser o material mais fino. Essa mudança na granulometria se completa

aproximadamente em torno de 30%, e a partir desse ponto, a posição relativa do COBC AI em relação aos demais cimentos se mantém constante até o final da análise.

Essas observações são corroboradas pelos valores apresentados na Tabela 15. O valor de D10 do COBC AI (1,86  $\mu\text{m}$ ) já é superior ao do COBC PI (1,57  $\mu\text{m}$ ), embora ainda seja inferior ao do CPC I (2,27  $\mu\text{m}$ ), indicando que a mudança na granulometria entre o COBC AI e o COBC PI ocorreu um pouco antes dos 10% de material passante acumulado. É interessante notar que nesse ponto de análise, o COBC AI se posiciona com um valor intermediário entre os demais cimentos. Já no valor de D50, o COBC AI (20,60  $\mu\text{m}$ ) já ultrapassa também o CPC I (17,07  $\mu\text{m}$ ), estabelecendo-se como o cimento com os maiores valores nos demais três parâmetros analisados: D50, D90 e diâmetro médio. Esses resultados indicam uma diferenciação mais notável na granulometria do COBC AI em relação aos outros cimentos, com certa oscilação em sua curva granulométrica.

A Figura 47 exhibe as curvas de distribuição acumulada obtidas a partir das análises de granulometria dos cimentos brancos pertencentes ao Grupo II, mostrando separadamente essas curvas.

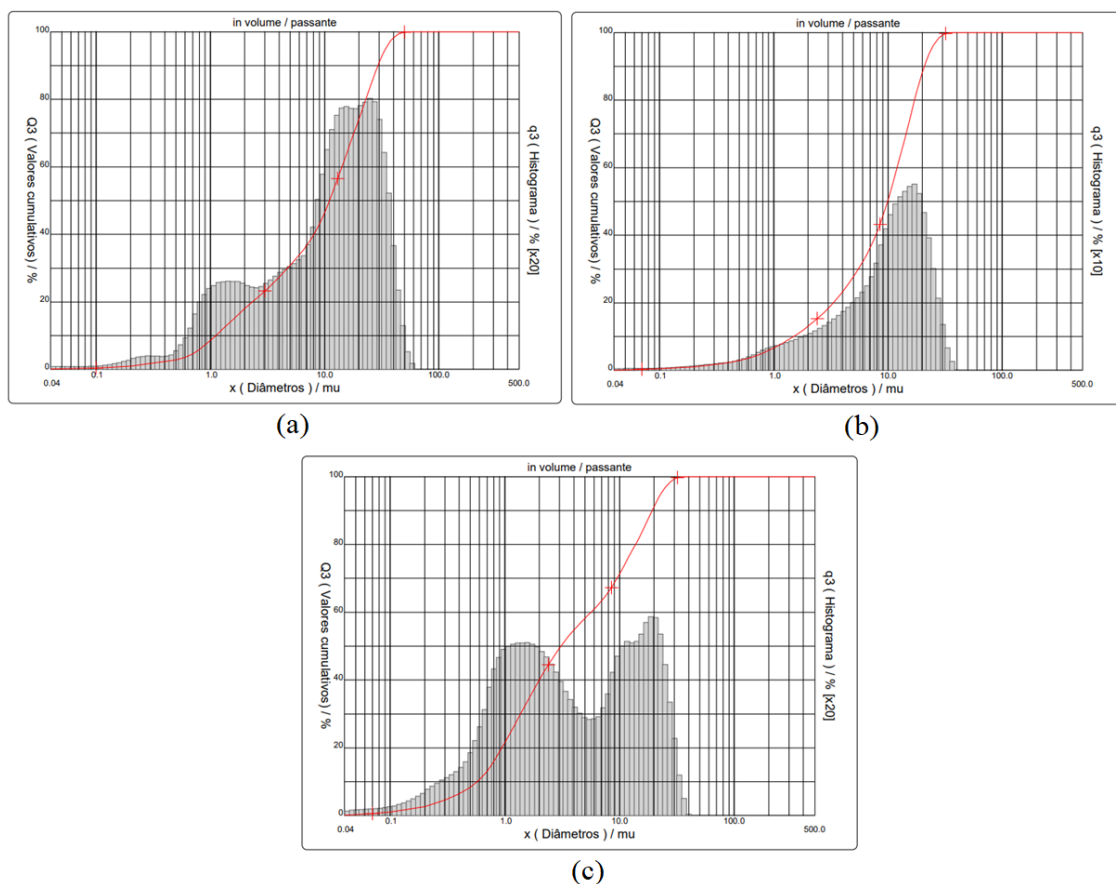


Figura 47: Distribuição granulométrica do Grupo II: a) CPC II; b) COBC P II c) COBC A II.

A granulometria dos cimentos brancos em questão foi igualmente classificada como contínua. Assim como nos cimentos cinzas, é possível encontrar na Tabela 16 a caracterização da granulometria em relação à frequência acumulada, obtida através da curva granulométrica do material. Nessa caracterização, foram apresentados os diâmetros médio, D10, D50 e D90, como forma de avaliar a distribuição granulométrica dos cimentos.

Tabela 16: Distribuição de frequências acumuladas da granulometria dos cimentos do Grupo II.

<b>Material</b>	<b>D10 (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	<b>D50 (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	<b>D90 (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	<b>Diâmetro médio</b>
CPC II	1,11	11,03	29,34	13,23
COBC PII	1,49	9,90	20,82	10,65
COBC AII	0,57	3,08	19,27	7,00

Os resultados da Tabela 16 revelam que o COBC AII possui o menor diâmetro médio de partículas (7,00  $\mu\text{m}$ ), seguido pelo COBC PII (10,65  $\mu\text{m}$ ) e pelo CPC II (13,23  $\mu\text{m}$ ). Esses resultados estão em total concordância com os dados obtidos no ensaio de superfície específica BET. Ao relacionar esses dois ensaios, é importante ressaltar que o COBC AII apresentou não apenas um menor diâmetro médio de partículas, mas também uma maior superfície específica em comparação aos demais cimentos, o que sugere sua maior finura. O COBC AII também apresenta os menores valores de D10 (0,57  $\mu\text{m}$ ), D50 (3,08  $\mu\text{m}$ ) e D90 (19,27  $\mu\text{m}$ ). Essa característica de finura do material requer confirmação por meio de técnicas adicionais, como a Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).

A Figura 48 ilustra e compara as curvas de distribuições granulométricas dos cimentos brancos. Ao analisar essa figura, é possível confirmar os dados apresentados na Tabela 16, que ratifica que o COBC AI é o material mais fino ao longo de todo o gráfico.

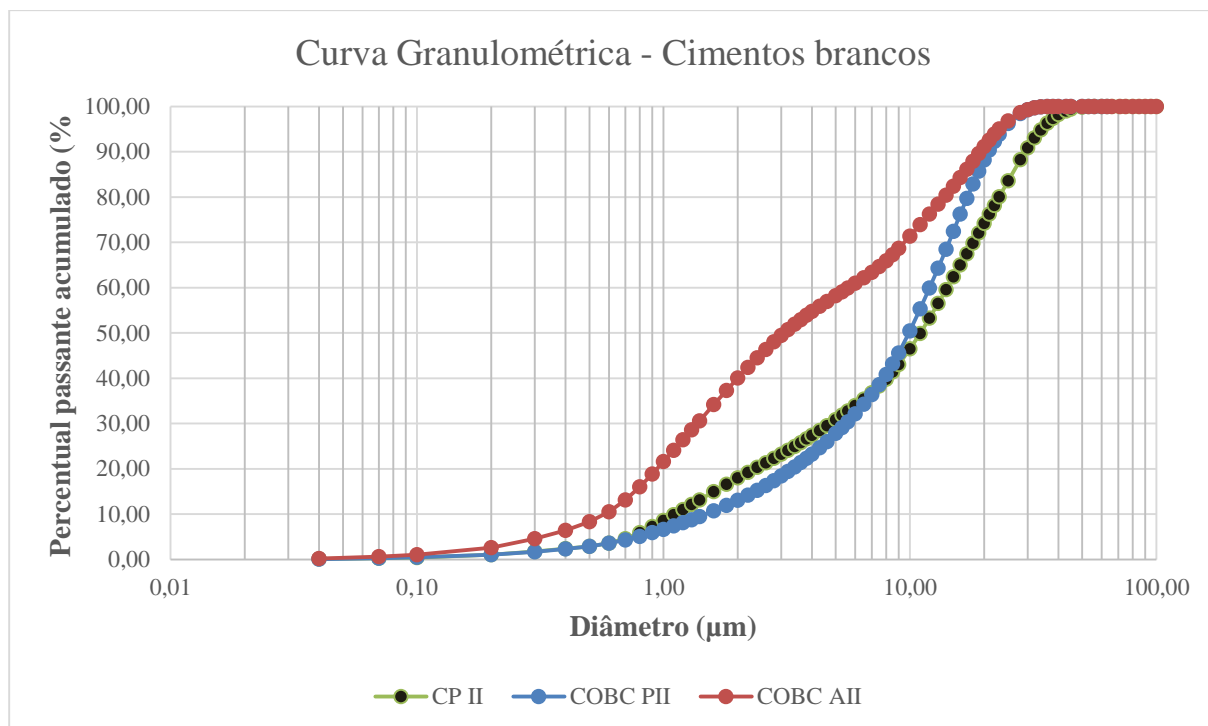


Figura 48: Distribuição granulométrica dos cimentos do Grupo 2.

Na análise comparativa entre o cimento branco da construção civil (CPC II) e o cimento MTA Pro-Root branco (COBC PII), é possível observar uma inversão na curva granulométrica por volta dos 40%. Nesse ponto, a curva do CPC II passa a apresentar valores de material passante acumulado superiores aos do COBC PII. Essa observação é respaldada pelos dados da Tabela 16, na qual é possível verificar que o valor de D10 do CPC II é ligeiramente menor, enquanto os valores de D50, D90 e diâmetro médio são significativamente maiores em comparação ao COBC PII. Esses resultados reforçam o que é visualmente observado nas curvas granulométricas representadas na Figura 48.

Os resultados obtidos nesta pesquisa estão em concordância com os estudos de Camilleri *et al.* (2005) e Dammaschke *et al.* (2005), que também encontraram partículas de tamanho menor no MTA Pro-Root branco (COBC PII) em comparação ao cimento Portland branco (CPC II). Esses achados corroboram os valores especificados por Camilleri *et al.* (2005), que indicaram que o COBC PII apresenta partículas inferiores a 1 µm, embora algumas possam atingir até 30 µm. Essa consistência entre os estudos reforça a compreensão de que o MTA Pro-Root branco possui uma distribuição de tamanho de partículas uniforme.

Entretanto, difere do estudo de Parirokh e Torabinejad (2010), que comparou o MTA Pro-Root cinza (COBC PI) e o MTA Pro-Root branco (COBC PII). Segundo Parirokh e Torabinejad (2010), foi observado que o tamanho das partículas do MTA Pro-Root cinza é

aproximadamente duas vezes maior do que as partículas do MTA Pro-Root branco. No entanto, os resultados deste estudo não sustentam essas conclusões, pois os valores do diâmetro médio do COBC PI foi de 12,49  $\mu\text{m}$  e o do COBC PII foi de 10,65  $\mu\text{m}$ . Além disso, conforme mostrado na Tabela 15 e na Tabela 16, os valores de D10, D50 e D90 desses cimentos também são semelhantes, indicando que os MTAs/COBCs da Dentsply Sirona possuem uma granulometria semelhante.

Ao interligar os resultados dos ensaios dos cimentos brancos desse estudo, é esperado que o cimento MTA Angelus branco (COBC AII) apresente o menor tempo de pega/presa. Essa expectativa é fundamentada em sua maior superfície específica BET e menor diâmetro médio de partículas, características que indicam uma possível textura mais fina do cimento que exigem uma maior quantidade de água durante o processo de hidratação. Como resultado, a reação de endurecimento tende a ocorrer de maneira mais rápida no COBC AII em comparação com os outros cimentos. Além disso, por meio dos resultados dos ensaios de DRX e FRX, observou-se que os cimentos da Angelus não contêm gesso em suas composições, o que exerce uma influência significativa na redução do tempo de presa desses materiais.

É essencial ressaltar que um cimento com maior finura pode resultar em uma maior porosidade e, conseqüentemente, aumentar o risco de ocorrência de rachaduras e retração, o que pode levar a uma redução na resistência do material. Essa situação é atribuída à liberação inicial de calor e à taxa de hidratação mais elevada nas fases iniciais, o que pode comprometer a integridade estrutural do cimento, como mencionado por Bentz *et al.* (1999). No entanto, é importante salientar que os resultados dos ensaios de FRX, que revelam a presença de agentes radiopacificadores nos COBCs, podem exercer uma influência mais significativa nos resultados de resistência à compressão, uma vez que esses agentes reduzem a quantidade de clínquer na composição dos cimentos.

Diante desse contexto, torna-se imprescindível conduzir os ensaios de tempo de presa e resistência à compressão, os quais estão programados para a Fase 2 da presente análise dos cimentos. Esses ensaios desempenharão um papel fundamental ao proporcionar informações necessárias para a compreensão das propriedades dos cimentos em estudo, permitindo, quando possível, a sua comparação e correlação com os ensaios previamente realizados.

## 4.2 FASE 2: AVALIAÇÃO DO TEMPO DE PRESA E DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS ATRAVÉS DO ENSAIO DE RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO A 1 DIA

### 4.2.1 Avaliação do tempo de presa

Os dados originais, médias e desvios padrões do tempo de presa (em minutos) dos cimentos cinzas estão descritos na Tabela 17.

Tabela 17: Resultados dos ensaios de tempo de presa dos cimentos cinzas estudados em minutos.

	CPC I (min)	COBC AI (min)	COBC PI (min)
Corpo de prova 1	80,29	18,06	104,69
Corpo de prova 2	77,12	17,61	101,12
Corpo de prova 3	74,39	18,64	102,86
Corpo de prova 4	75,99	19,02	99,76
Corpo de prova 5	81,88	17,12	97,96
<b>Média:</b>	<b>77,93</b>	<b>18,09</b>	<b>101,28</b>
<b>Desvio Padrão:</b>	<b>2,76</b>	<b>0,68</b>	<b>2,34</b>

No presente estudo, foi observado que o COBC PI apresentou o maior tempo de presa, com um valor médio de  $101,28 \pm 2,34$  minutos, seguido pelo CP I, com uma média de  $77,93 \pm 2,76$  minutos. Por outro lado, o COBC AI demonstrou o menor tempo de presa, com uma média de  $18,09 \pm 0,68$  minutos, apresentando uma diferença significativa em relação aos demais cimentos.

Esse resultado que coloca o COBC PI com maior tempo de presa que o COBC AI está em concordância com as informações relatadas por Kaur *et al.* (2017), que indicam que um dos principais problemas do COBC PI é o seu longo tempo de presa, o que pode dificultar sua manipulação em aplicações clínicas. No entanto, é importante destacar que os valores encontrados neste estudo são inferiores aos obtidos por Kaur *et al.* (2017), que relataram um tempo de presa médio de 228,33 minutos para o COBC PI.

Além disso, os resultados obtidos neste estudo também divergem das informações descritas por Parirokh & Torabinejad (2010) em sua revisão, que relataram um tempo médio de presa de 165 minutos para o MTA Pro-Root, e de Guimarães *et al.* (2018), cujo estudo determinou um tempo de presa de 84 minutos para este cimento. No entanto, é pertinente ressaltar que não foram estabelecidas relações água/cimento (a/c) fixas nestes estudos, uma vez que os

procedimentos foram realizados de acordo com as recomendações do fabricante. Contudo, há um consenso entre os autores de que o COBC PI possui um tempo de presa prolongado.

A principal explicação para esses resultados reside na presença do gesso na composição do Pro-Root, o que torna retarda sua presa, como apontado por Bortoluzzi *et al.* (2006). Essa característica também é observada no CPC I, como evidenciado pelos resultados de DRX apresentados no capítulo anterior. Essa semelhança na presa mais lenta entre o CP I e o COBC PI justifica os resultados consistentemente superiores desses dois cimentos em comparação com o COBC AI.

Os dados primários, bem como as médias e desvios padrões do tempo de presa em minutos, dos cimentos brancos estão apresentados na Tabela 18.

Tabela 18: Resultados dos ensaios de tempo de presa dos cimentos brancos estudados em minutos.

	CPC II (min)	COBC AII (min)	COBC PII (min)
Corpo de prova 1	60,20	15,96	92,37
Corpo de prova 2	63,03	16,16	89,17
Corpo de prova 3	59,11	16,38	91,22
Corpo de prova 4	61,96	17,48	94,30
Corpo de prova 5	59,43	16,15	91,87
<b>Média:</b>	<b>60,75</b>	<b>16,43</b>	<b>91,79</b>
<b>Desvio Padrão:</b>	1,51	0,54	1,66

Nos resultados dos tempos de presa dos cimentos brancos, observou-se a mesma sequência encontrada nos cimentos cinzas, onde o COBC PII apresentou o maior valor ( $91,79 \pm 1,66$  min), seguido pelo CPC II ( $60,75 \pm 1,51$  min) e, por último, o COBC AII ( $16,43 \pm 0,54$  min). É importante notar que os tempos de presa dos três cimentos brancos foram inferiores aos seus respectivos equivalentes na coloração cinza.

O estudo conduzido por Saghiri *et al.* (2020), que investigou o tamanho de partícula de amostras do MTA/COBC branco da Angelus, revelou que a utilização de partículas mais finas resultou em um tempo de presa inicial reduzido para esses materiais. Embora a pesquisa atual tenha analisado cimentos diferentes (CPC II, COBC PII e COBC AII), a possível relação entre a finura do COBC AII e o menor tempo de presa observado pode ser algo a ser considerado.

Contudo, a principal explicação para esses resultados reside na presença do gesso na composição do CPC II e do COBC PII, o que retarda o tempo de presa, conforme apontado



por Bortoluzzi *et al.* (2006). Do mesmo modo que, a ausência de gesso no COBC AII contribuiu para um tempo de presa mais acelerado em comparação aos demais cimentos. Essas análises são corroboradas pelos resultados de difração de raios-X (DRX) apresentados no capítulo anterior.

Nos estudos de Vassen (2015), foi encontrado um valor de  $38,33 \pm 2,08$  min para o tempo de presa do COBC AII, o qual difere dos resultados encontrados nesta pesquisa, apresentando um valor que é mais que o dobro da média encontrada para o COBC AI ( $16,43 \pm 0,54$  min). Além disso, o resultado também difere do estudo de Islam *et al.* (2006), que obteve um tempo de presa de 40 min. Essas divergências podem ser justificadas pelo fato de que os resultados encontrados nos estudos anteriores foram realizados sem uma relação a/c fixa e quando a empresa Angelus ainda utilizava o óxido de bismuto em suas composições. A presença atual do tungstato de cálcio, conforme comprovado pelos resultados das análises de fluorescência de raios-X (FRX) e difração de raios-X (DRX), pode ter alterado ainda mais o tempo de presa desses cimentos.

Nos estudos de Li *et al.* (2019), a substituição do óxido de bismuto pelo óxido de zircônio contribuiu para a redução do tempo de presa, além de melhorar o manuseio e a trabalhabilidade de outro cimento fabricado pela empresa Angelus, o Biodentine. É possível que a mesma melhoria tenha ocorrido com a mudança do radiopacificador no MTA branco da empresa Angelus, conforme observado nos resultados desta pesquisa.

#### 4.2.2 Avaliação das propriedades mecânicas através do ensaio de resistência à compressão a 1 dia

O ensaio de resistência à compressão foi realizado no Laboratório de Pesquisa em Dentística e Materiais Dentários da Faculdade de Ciências da Saúde da Universidade de Brasília (UnB) em todos os seis cimentos estudados. É importante mencionar que há uma escassez de estudos que analisaram essa propriedade nos COBCs. Essa falta de investigação pode ser justificada por Islam *et al.* (2016), que afirmam que os valores de resistência à compressão dos MTAs/COBCs não são considerados tão representativos, uma vez que esses materiais não entram em contato direto com as forças oclusais.

Outra observação importante relacionada aos resultados abaixo é que existe uma grande variabilidade nos valores de resistência à compressão dos corpos de prova para cada tipo de cimento, sendo excedido o limite do Desvio Relativo Máximo (DRM) permitido pelos

padrões de ensaio de resistência à compressão do cimento estabelecidos pela ABNT NBR 7215:2019 (Cimento Portland - Determinação da resistência à compressão de corpos de prova cilíndricos).

Nesta norma, o DRM é calculado de uma série de quatro resultados de resistência à compressão individuais dos corpos de prova a uma determinada idade, dividindo o valor absoluto da diferença entre a resistência média e a resistência individual que mais se afaste desta média, para mais ou para menos, pela resistência média, e multiplicando este quociente por 100. A porcentagem obtida deve ser arredondada ao décimo mais próximo. Quando o desvio relativo máximo (DRM) for superior a 6%, calcular uma nova média, desconsiderando o valor que mais se afasta da média, identificando-o no relatório. Caso o DRM calculado com os três resultados seja menor que 6%, a nova média calculada com estes três resultados deve constar no relatório do ensaio. Caso o DRM calculado com os três resultados seja maior que 6%, os resultados devem ser desconsiderados e o ensaio deve ser refeito na idade analisada (ABNT, 2019).

Como resultado, é crucial ressaltar que os dados fornecidos neste estudo são frutos de reavaliações dos testes, e que em condições regulares, seria necessário repetir os ensaios para obter resultados ainda mais precisos. No entanto, devido ao custo substancial dos COBCs, a repetição desses testes até alcançar os padrões da construção civil torna-se inviável tanto do ponto de vista financeiro quanto logístico. Diante dessa situação, procedeu-se a uma análise dos resultados de DRM obtidos nos ensaios mais recentes, a qual foi conduzida exclusivamente para fins avaliativos. O cálculo do DRM foi realizado para cada cimento até que se obtivessem três resultados, independentemente de serem inferiores ou superiores a 6%. A média resultante desses três valores foi adotada como a média de resistência a ser considerada.

Nesse contexto, é relevante destacar que apenas dois tipos de cimento (COBC AI e COBC PI) alcançaram valores que satisfazem as exigências da norma NBR 7215:2019. Contudo, é fundamental ter em mente que este estudo ostenta uma abordagem interdisciplinar, englobando tanto a engenharia civil quanto a Odontologia, com sua ênfase central na comparação das propriedades intrínsecas de cada tipo de cimento. Além disso, os testes foram conduzidos nos laboratórios de Odontologia, uma área carente de normas específicas com requisitos equivalentes, o que respalda a escolha metodológica adotada.

A Tabela 19 apresenta os dados obtidos para cada amostra, as médias, os desvios padrões e os DRMs da resistência à compressão (em MPa) dos cimentos cinzas pertencentes ao Grupo 1, conforme o foco principal da pesquisa.

Tabela 19: Resultados dos ensaios de resistência à compressão dos cimentos cinzas estudados.

	CPC I (MPa)	COBC AI (MPa)	COBC PI (MPa)
Corpo de prova 1	49,07	25,42	41,11
Corpo de prova 2	50,08	26,39	40,00
Corpo de prova 3	54,33	25,47	42,10
<b>Média:</b>	<b>51,16</b>	<b>25,76</b>	<b>41,07</b>
<b>Desvio padrão:</b>	<b>2,28</b>	<b>0,44</b>	<b>0,86</b>
<b>DRM:</b>	<b>6,20</b>	<b>2,43</b>	<b>2,50</b>

De acordo com a Tabela 19, observa-se uma maior resistência média do CPC I (51,16 MPa) em relação aos cimentos odontológicos: COBC AI (25,76 MPa) e COBC PI (41,07 MPa). Esses resultados apontam para uma superioridade do CPC I em termos de resistência mecânica quando comparado aos COBCs em questão.

Observa-se uma diferença de aproximadamente 25% do cimento da construção civil (CPC I) em relação à média de resistência à compressão encontrada para o COBC PI, mas uma significativa diferença, de aproximadamente 98%, em relação ao COBC AI. A partir disso, levanta-se a possibilidade de que essa disparidade esteja relacionada à presença do agente radiopacificador na composição dos COBCs. A inclusão desse agente pode influenciar a quantidade de clínquer presente no material, uma vez que corresponde aproximadamente a 25% da composição do cimento, conforme evidenciado pelos resultados de FRX apresentados na Tabela 9.

O clínquer é um dos principais componentes do CPC e é responsável pela formação de fases cristalinas que contribuem para a resistência mecânica do material endurecido. Ao adicionar o agente radiopacificador, há uma redução na proporção de clínquer na composição do cimento, o que pode levar a essa diminuição na resistência à compressão.

Ao verificar os resultados obtidos neste experimento para o COBC PI, observa-se uma notável similaridade com estudos anteriores. Em particular, o valor da resistência média do COBC PI (41,07 MPa) é bastante semelhante ao relatado por Torabinejad *et al.* (1995), que identificaram uma resistência à compressão de 40,0 MPa para o Pro-Root MTA cinza após 24

horas. Essa consistência nos resultados sugere uma coerência na característica de resistência mecânica desse cimento, corroborando achados prévios na literatura científica.

Os resultados obtidos na análise da superfície específica dos COBCs também podem oferecer informações relevantes para compreender as diferenças de resistência mecânica observadas. A maior finura dos materiais, indicada parcialmente por essa análise, pode estar associada à presença de uma maior porosidade, o que aumenta o risco de ocorrência de rachaduras e retração, resultando na diminuição da resistência dos cimentos. Segundo Bentz *et al.* (1999), esse efeito pode ser atribuído à liberação inicial de calor e à taxa de hidratação mais elevada nas fases iniciais do processo, o que pode comprometer a estrutura do material.

No entanto, é fundamental destacar que a avaliação da finura de um material não pode ser baseada apenas no ensaio de superfície específica BET. É necessário estabelecer uma correlação com outras técnicas, como microscopia eletrônica de varredura (MEV) e granulometria a laser, para obter uma compreensão mais completa das características de tamanho de partícula e distribuição granulométrica do material em estudo. Além disso, para correlacionar a finura dos cimentos com sua resistência, é necessário que sejam considerados os mesmos materiais em análise, o que não foi o caso deste estudo.

A partir disso, é possível afirmar que a maior proporção de clínquer presente no CPC I em comparação ao COBC AI e ao COBC PI, conforme indicado nos resultados de análise por fluorescência de raios-X na Tabela 9, exerça a maior influência na resistência mecânica.

A descrição dos dados obtidos de cada amostra, das médias e dos desvios padrões da resistência à compressão (em MPa) dos cimentos brancos presentes no Grupo 2, são expressos na Tabela 20.

Tabela 20: Resultados dos ensaios de resistência à compressão dos cimentos brancos estudados.

	CPC II (MPa)	COBC AII (MPa)	COBC PII (MPa)
Corpo de prova 1	108,94	46,36	87,81
Corpo de prova 2	119,18	51,28	85,17
Corpo de prova 3	93,21	47,10	77,42
<b>Média:</b>	<b>107,11</b>	<b>48,25</b>	<b>83,47</b>
<b>Desvio padrão:</b>	<b>10,68</b>	<b>2,17</b>	<b>4,41</b>
<b>DRM:</b>	<b>12,97</b>	<b>6,29</b>	<b>7,24</b>

Foi constatada a mesma variabilidade nas resistências à compressão dos cimentos brancos com uma maior resistência média do CPC II (107,11 MPa) em relação aos cimentos odontológicos: COBC AII (48,25 MPa) e COBC PII (83,47 MPa). Os resultados obtidos evidenciam a predominância do CPC II em relação aos COBCs analisados, no que diz respeito à resistência mecânica.

Conforme discutido anteriormente para os cimentos cinzas, a presença dos agentes radiopacificadores nos COBCs brancos impacta a proporção de clínquer presente no material, como demonstrado pelos resultados de fluorescência de raios-X (FRX) apresentados na Tabela 10. Essa observação fortalece a hipótese de que a adição dos agentes radiopacificadores nos COBCs pode exercer uma influência na resistência à compressão desses materiais.

Entretanto, é importante destacar que a diferença de resistência mecânica média entre o cimento Portland branco da construção civil (CPC II) e o cimento odontológico à base de clínquer Pro-Root branco (COBC PII) é similar à verificada entre esses mesmos cimentos na coloração cinza, com uma variação aproximada de 29%. Por outro lado, constatou-se uma diferença ainda mais significativa entre o CPC II e o COBC AII, com aproximadamente 122% de superioridade do CPC II em relação ao COBC AII.

Em estudos anteriores sobre o COBC PII, Alzraikat *et al.* (2016) realizaram análises e encontraram uma resistência à compressão para o Pro-Root MTA branco de 45 MPa após 24 horas, aumentando para 95 MPa após 28 dias. Em outro estudo conduzido por Dawood *et al.* (2015), a resistência foi medida em 46,4 MPa após 1 dia para o mesmo cimento. Os referidos autores utilizaram a relação a/c estipulada pela fabricante. Os resultados obtidos nesta pesquisa revelam uma discrepância significativa, uma vez que o COBC PII (83,47 MPa) apresentou uma resistência média excepcionalmente alta, com um aumento superior a 79% em relação aos valores reportados pelos autores mencionados.

O valor médio de resistência à compressão obtido para o COBC AII (48,25 MPa) também superou os encontrados na literatura. O COBC AII demonstrou uma resistência superior àquela relatada por Schuldt (2014), que obteve uma média de 27,75 MPa para o MTA Angelus branco após 24 horas, e por Vassen (2015), que registrou uma média de 27,87 MPa para o mesmo cimento após o mesmo período de tempo. Esses autores utilizaram a relação a/c

especificada pelo fabricante. Portanto, os resultados desta pesquisa indicam que o valor de resistência do COBC AII foi superior em aproximadamente 73% em relação aos valores encontrados na literatura.

#### 4.3 FASE 3: AVALIAÇÃO DA MICROESTRUTURA DAS PASTAS A 1 DIA

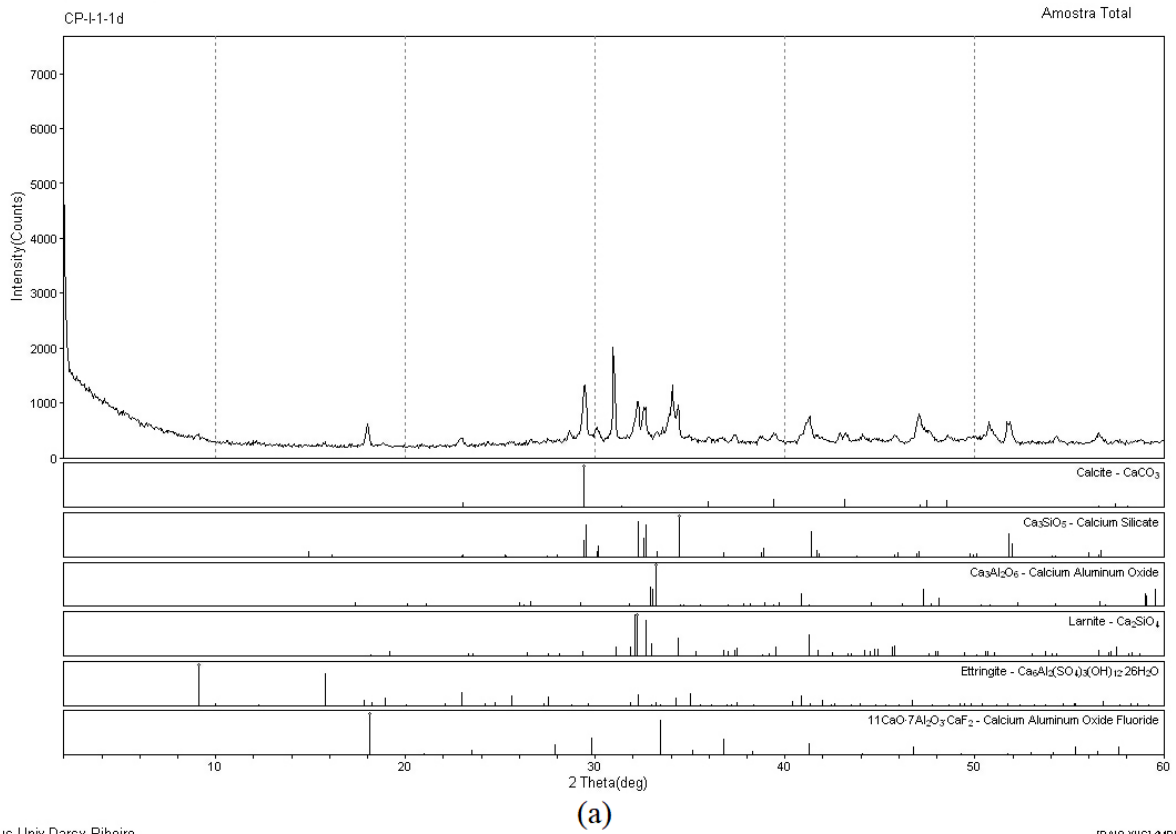
Foi realizada a difração de raios-X (DRX) nas pastas de cimento após 1 dia de hidratação, com o objetivo de identificar os principais componentes e fases cristalinas presentes nessa fase inicial de formação do cimento endurecido de cada cimento estudado.

##### 4.3.1 Difratomogramas advindos da difração de raio-X a 1 dia de hidratação

A seguir, são apresentados os resultados das análises de difração de raios-X (DRX) dos cimentos com 1 dia de hidratação. Foram conduzidas duas análises para cada um dos seis tipos de cimento na lâmina reflexiva, sendo a primeira utilizando o método de preenchimento da semiesfera (Método 1) e a segunda utilizando o método de preenchimento do cimento em forma de filete sobre a lâmina (Método 2), visando possibilitar novamente a comparação entre os métodos.

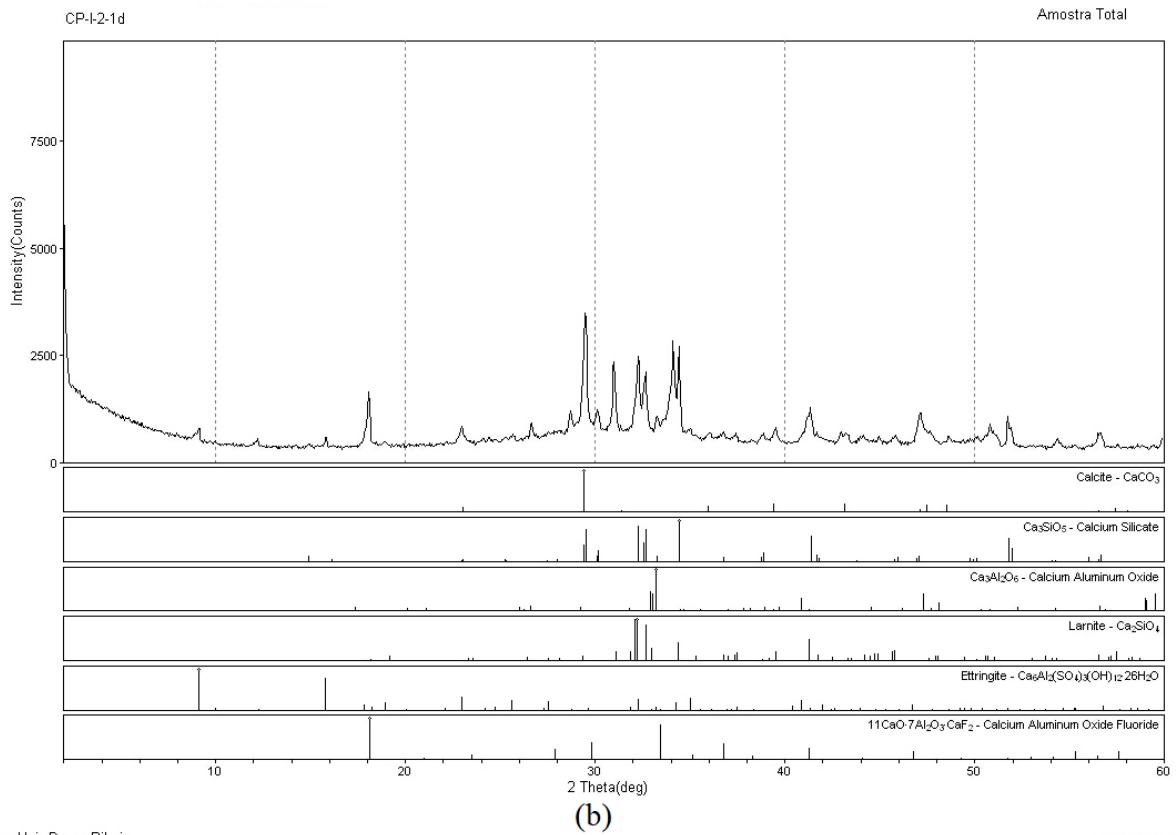
A comparação entre os métodos confirmou a validade dos resultados obtidos na análise comparativa dos difratogramas dos cimentos não hidratados. Da mesma forma que ocorreu nos cimentos anidros, foi possível identificar picos que não seriam detectados caso o método intermediário não tivesse sido desenvolvido e os cimentos em estudo tivessem sido caracterizados exclusivamente pelo método de preenchimento da semiesfera.

a) CPC I: Cimento Portland V-ARI cinza



Campus Univ Darcy Ribeiro

[RAIO-X]IG (MDI/JADEB)



Campus Univ Darcy Ribeiro

[RAIO-X]IG (MDI/JADEB)

Figura 49: Difratoograma: (a) CPC I-1-1d; (b) CPC I-2-1d.

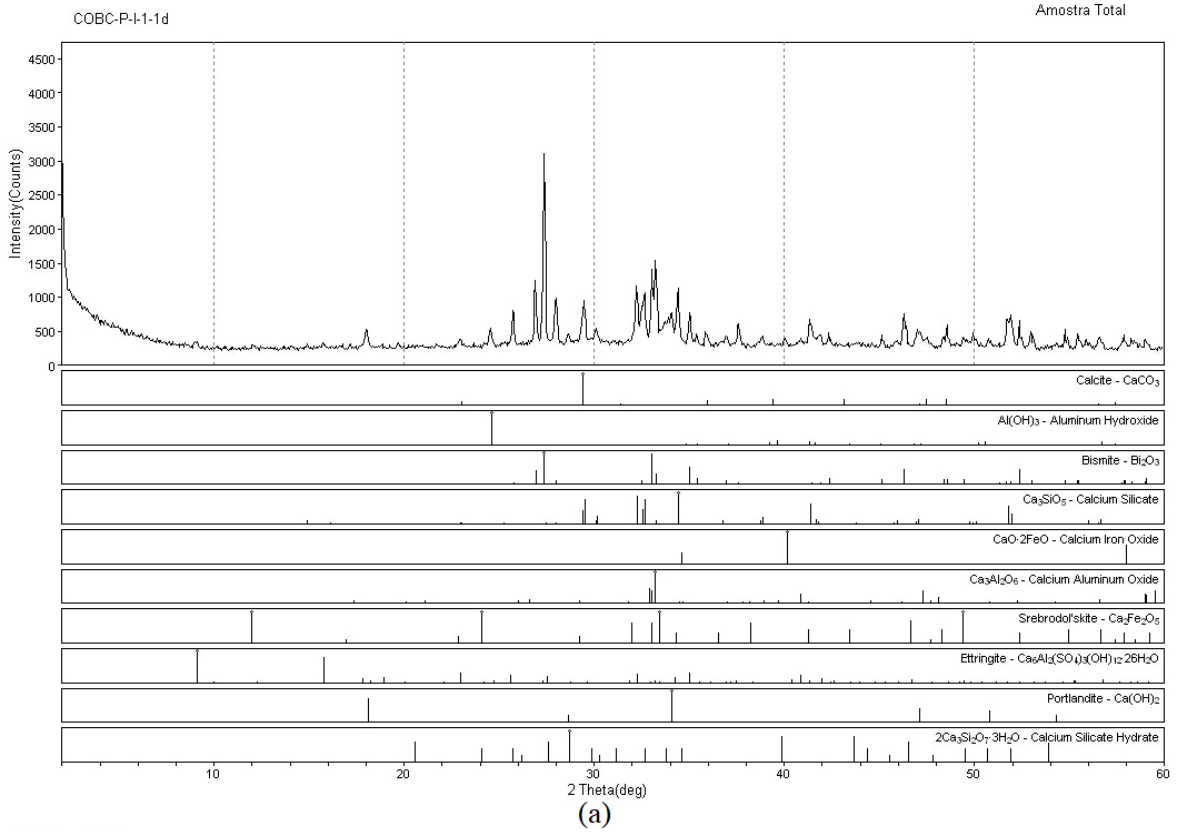
Os difratogramas da pasta do cimento cinza da construção civil com 1 dia de hidratação (Figura 49) observaram a presença dos silicatos de cálcio ( $C_2S$  e  $C_3S$ ), da calcita, do hidróxido de cálcio e da etringita. As fases principais, para essa análise, foram encontradas em  $2\theta = 34,25^\circ$ ;  $41,3^\circ$  e  $51,8^\circ$  para o  $C_3S$ ,  $2\theta = 32,2^\circ$ ;  $39^\circ$  e  $41,3^\circ$  para o  $C_2S$ ,  $2\theta = 29,5^\circ$  e  $39^\circ$  para a calcita,  $2\theta = 18^\circ$  e  $34,1^\circ$  para o hidróxido de cálcio e  $2\theta = 9,15^\circ$  e  $15,85^\circ$  para a etringita.

Na Figura 49, pode-se verificar que os picos identificados pelo método 2 exibem uma intensidade consideravelmente maior em comparação aos picos obtidos pelo método 1. É importante ressaltar que, apesar de o método 2 ser representado em um difratograma com aproximadamente 10000 cs (counts), e o método 1 em torno de 7000 cs, ainda assim, visualmente, as intensidades dos picos no método 2 são significativamente superiores.

Cabe ressaltar que, nesta análise, os picos principais da etringita ( $2\theta = 9,15^\circ$  e  $15,85^\circ$ ) foram identificados no método desenvolvido (método 2), porém não foram observados no método 1. Essa disparidade na detecção dos picos teria potencial para influenciar a interpretação e caracterização dos cimentos examinados caso os ensaios fossem conduzidos exclusivamente pelo método 1.

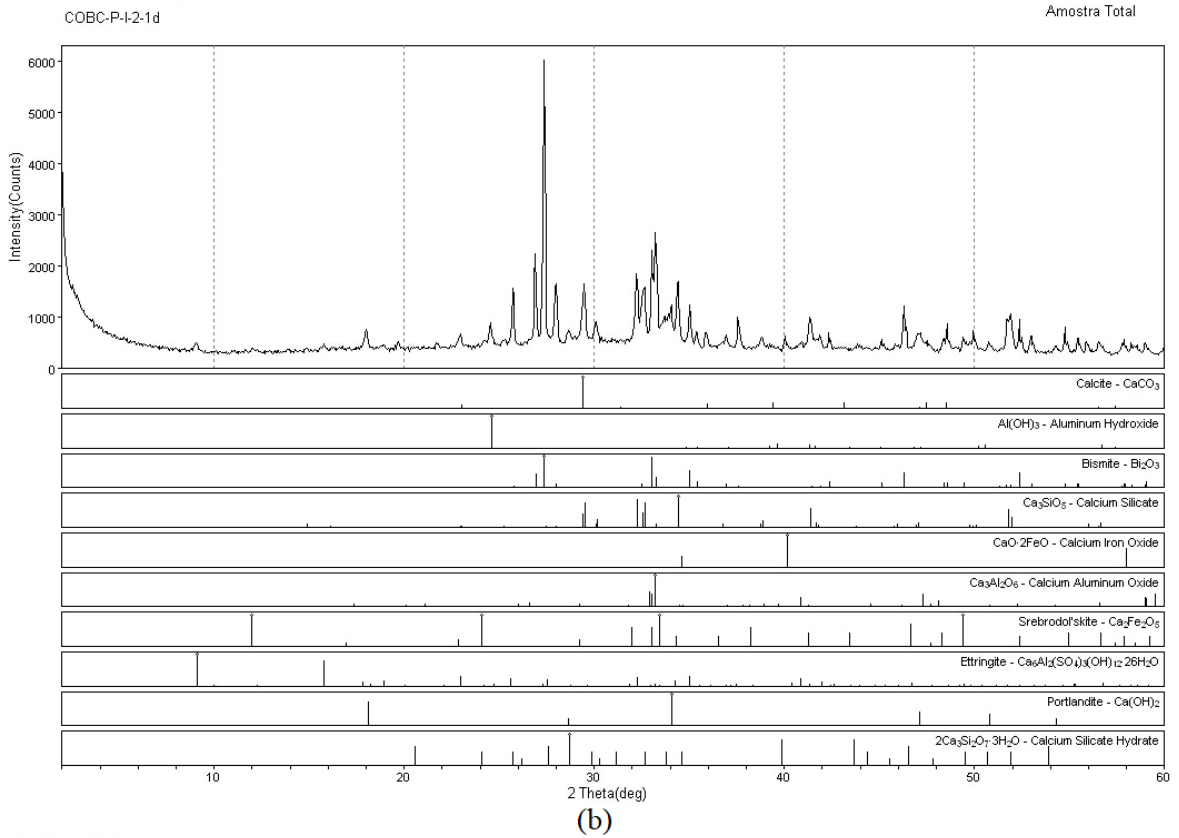
b) COBC PI: MTA Pro-Root cinza





Campus Univ Darcy Ribeiro

[RAIO-XII] (MDI/JADEB)



Campus Univ Darcy Ribeiro

[RAIO-XII] (MDI/JADEB)

Figura 50: Difratoograma: (a) COBC PI-1-1d; (b) COBC PI-2-1d.

A composição mineralógica da pasta do COBC PI com 1 dia de hidratação é apresentada nos difratogramas mostrados na Figura 50. Nas análises, foram identificadas como fases majoritárias silicatos de cálcio ( $C_2S$  e  $C_3S$ ), a calcita ( $CaCO_3$ ), a portlandita ( $Ca(OH)_2$ ), a etringita ( $C_6AS_3.H_{32}$ ) e o óxido de bismuto ( $Bi_2O_3$ ).

As fases principais, para essa análise, foram encontradas em  $2\theta = 34,25^\circ$ ;  $41,3^\circ$  e  $51,8^\circ$  para o  $C_3S$ ,  $2\theta = 32,2^\circ$ ;  $39^\circ$  e  $41,3^\circ$  para o  $C_2S$ ,  $2\theta = 29,5^\circ$  e  $39^\circ$  para a calcita,  $2\theta = 18^\circ$  e  $34,1^\circ$  para o hidróxido de cálcio (portlandita),  $2\theta = 9,15^\circ$  e  $15,85^\circ$  para a etringita e  $2\theta = 25,7^\circ$ ;  $27,3^\circ$  e  $46,4^\circ$  para o óxido de bismuto.

Ao analisar os difratogramas constatou-se que método 2 registrou uma intensidade máxima de aproximadamente 6000 cs (counts) para o pico principal, enquanto o método 1 apresentou uma intensidade de 3500 cs. Essa diferença indica que os picos identificados pelo método 2 possuem uma maior intensidade em comparação aos picos do método 1.

Nesta análise, similar ao ocorrido com o CPC I-1d, observou-se que um dos picos principais da etringita em  $2\theta = 15,85^\circ$  foi identificado no método desenvolvido (método 2), ao passo que não foi detectado pelo método 1. Essa constatação reforça a superioridade do método desenvolvido (método 2) em relação ao método 1.

c) COBC AI: MTA Angelus cinza

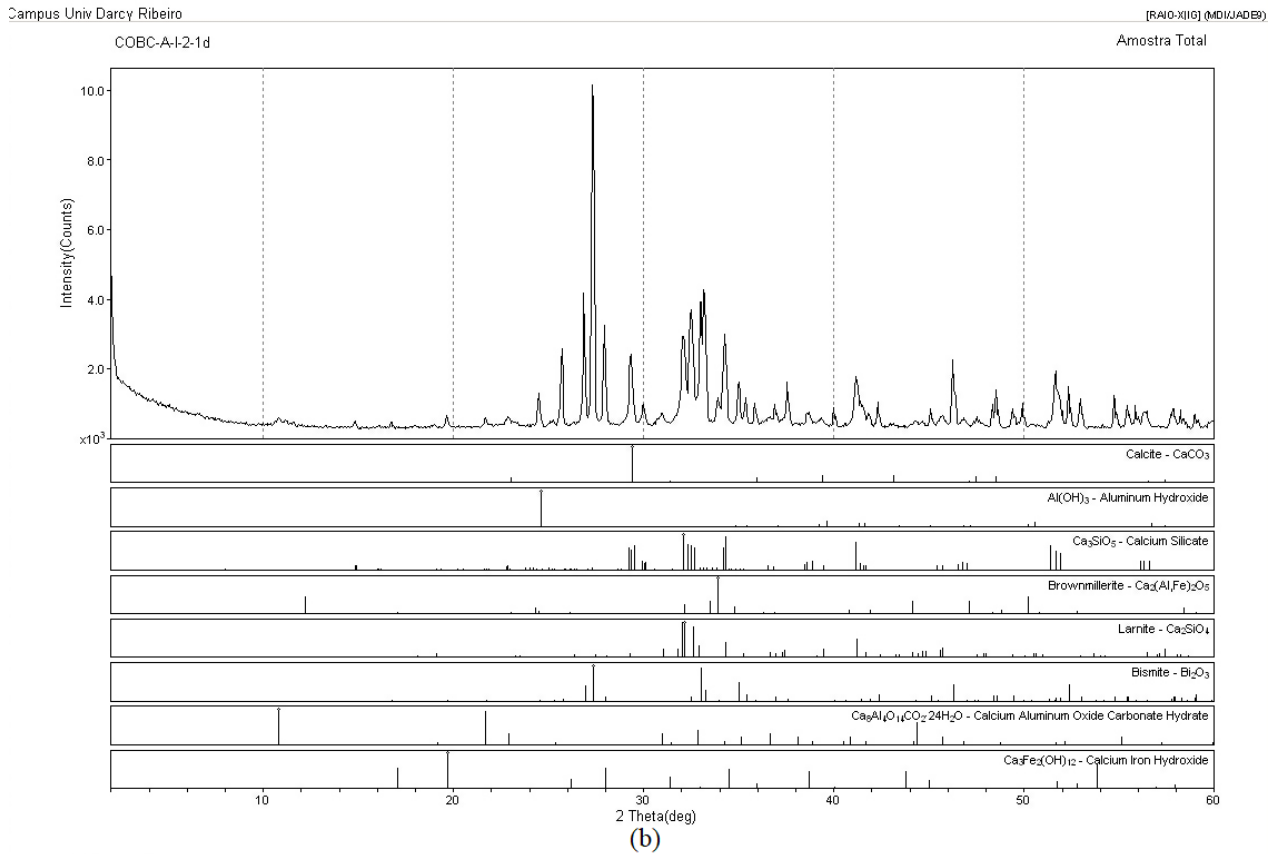
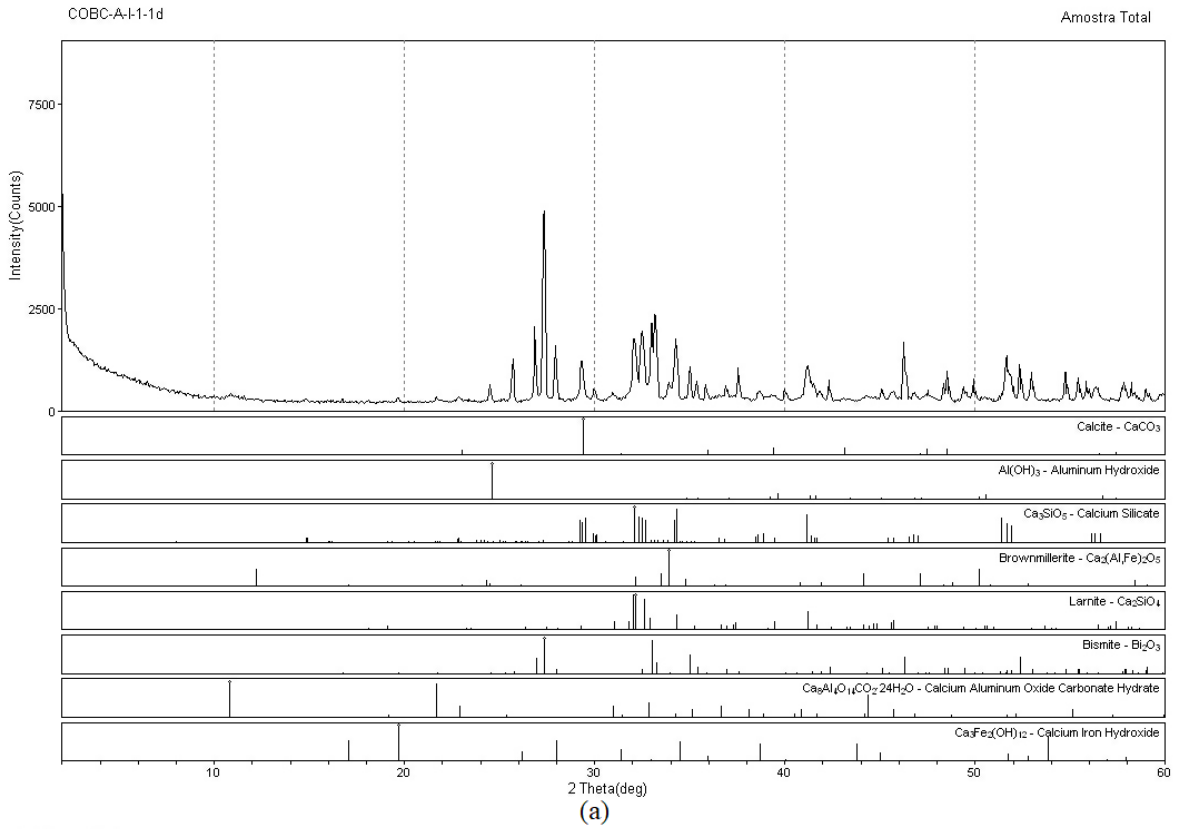


Figura 51: Difratoograma: (a) COBC AI-1-1d; (b) COBC AI-2-1d.

A composição mineralógica da pasta do COBC AI com 1 dia de hidratação, conforme observada nos difratogramas apresentados na Figura 51, revela uma configuração semelhante aos demais cimentos cinzas estudados. Assim como nos outros cimentos, foram identificadas as fases majoritárias de silicatos de cálcio ( $C_2S$  e  $C_3S$ ), a calcita ( $CaCO_3$ ) e a portlandita ( $Ca(OH)_2$ ), além do mesmo agente radiopacificador encontrado no COBC PI, o óxido de bismuto ( $Bi_2O_3$ ).

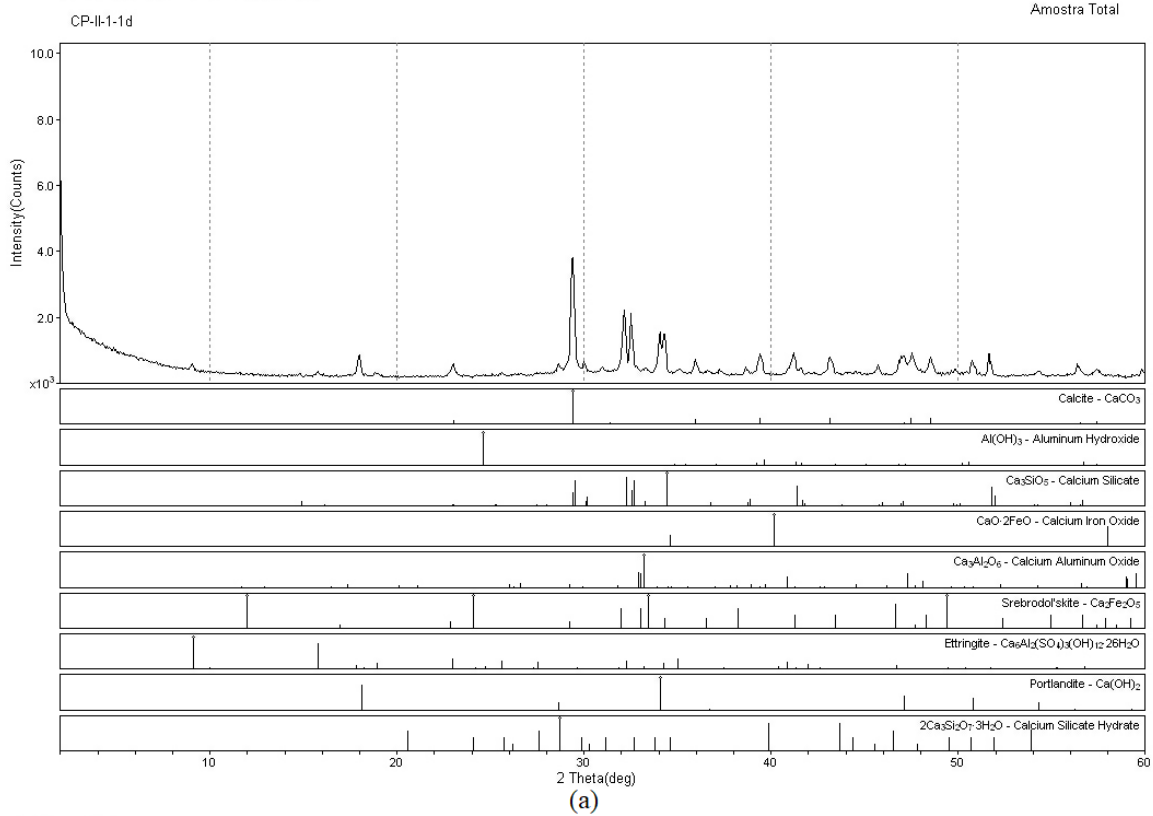
As fases principais, para essa análise, foram encontradas em  $2\theta = 34,25^\circ$ ;  $41,3^\circ$  e  $51,8^\circ$  para o  $C_3S$ ,  $2\theta = 32,2^\circ$ ;  $39^\circ$  e  $41,3^\circ$  para o  $C_2S$ ,  $2\theta = 29,5^\circ$  e  $39^\circ$  para a calcita,  $2\theta = 18^\circ$  e  $34,1^\circ$  para o hidróxido de cálcio (portlandita) e  $2\theta = 25,7^\circ$ ;  $27,3^\circ$  e  $46,4^\circ$  para o óxido de bismuto.

No entanto, nos outros cimentos cinzas estudados foi identificada a presença de etringita, enquanto no COBC AI ela não foi detectada. Essa diferença era esperada, uma vez que, de acordo com os resultados encontrados na análise de DRX do cimento anidro, o COBC AI não contém gesso em sua composição, ao contrário dos outros cimentos cinzas.

Ao realizar a análise dos difratogramas obtidos pelos dois métodos, foi observada novamente uma discrepância na intensidade dos picos identificados. O método 2 demonstrou uma intensidade de 10000 cs (counts) para seu pico principal, enquanto o método 1 apresentou metade dessa intensidade.

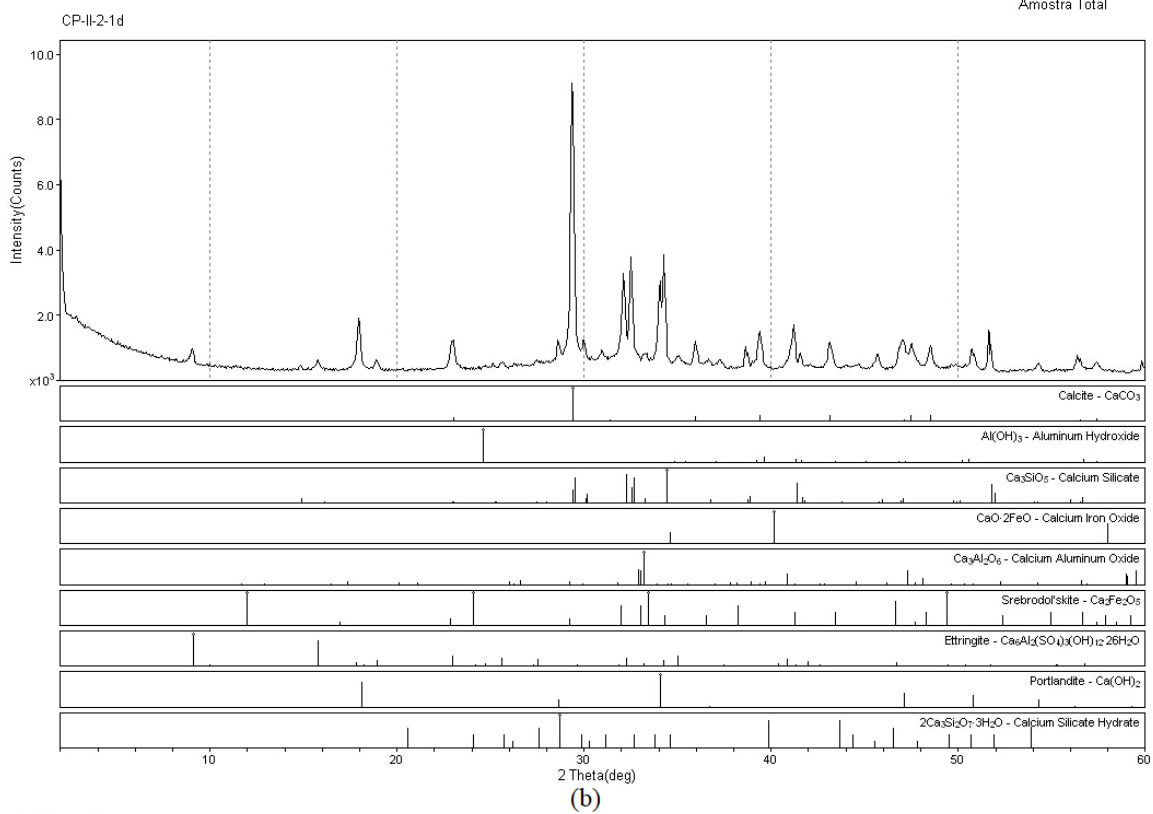
Com a significativa diminuição na intensidade dos picos, os difratogramas se tornaram semelhantes. Assim, mesmo que o método 1 exiba picos menos evidentes em comparação ao método 2, uma análise minuciosa revelou que todos os compostos identificados pelo método 2 também estão presentes no método 1, resultando na única diferença entre os difratogramas sendo a intensidade dos picos.

d) CPC II: Cimento Portland branco



Campus Univ Darcy Ribeiro

[RAIO-XII16] (MDIKJADB)



Campus Univ Darcy Ribeiro

[RAIO-XII16] (MDIKJADB)

Figura 52: Difratoograma: (a) CPC II-1-1d; (b) CPC II-2-1d.

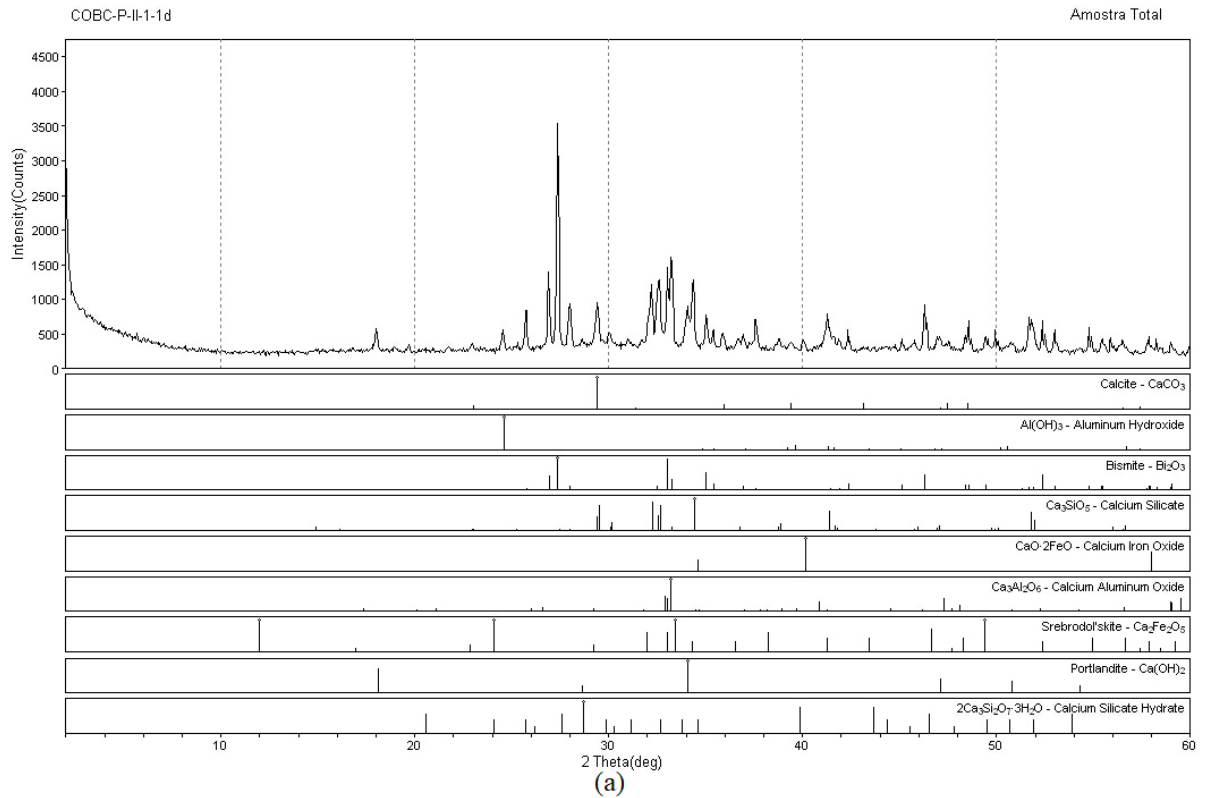
Os difratogramas da pasta do cimento branco da construção civil com 1 dia de hidratação (Figura 52) observaram a presença dos silicatos de cálcio ( $C_2S$  e  $C_3S$ ), da calcita, do hidróxido de cálcio e da etringita.

As fases principais, para essa análise, foram encontradas em  $2\theta = 34,25^\circ$ ;  $41,3^\circ$  e  $51,8^\circ$  para o  $C_3S$ ,  $2\theta = 32,2^\circ$ ;  $39^\circ$  e  $41,3^\circ$  para o  $C_2S$ ,  $2\theta = 29,5^\circ$  e  $39^\circ$  para a calcita,  $2\theta = 18^\circ$  e  $34,1^\circ$  para o hidróxido de cálcio e  $2\theta = 9,15^\circ$  e  $15,85^\circ$  para a etringita.

Na Figura 52, pode-se constatar que os picos identificados pelo método 2 demonstram uma intensidade significativamente superior em relação aos picos obtidos pelo método 1, considerando que os difratogramas são apresentados com a mesma escala de intensidade. Contudo, é relevante observar que o Método 2 apresenta uma intensidade máxima de aproximadamente 9000 cs (counts) para o seu pico principal, enquanto o método 1 registra em torno de 4000 cs para o seu pico mais proeminente.

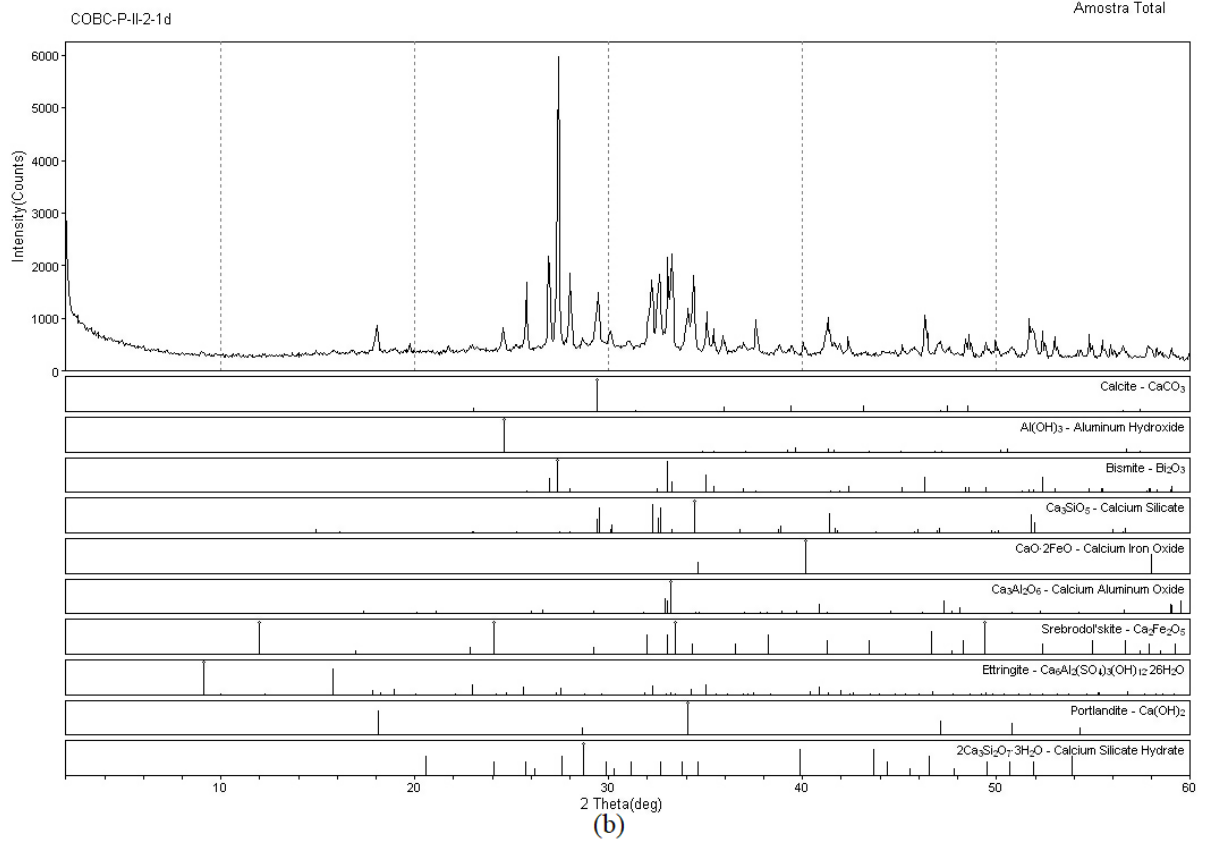
É relevante ressaltar que, nessa análise, os picos principais da etringita ( $2\theta = 9,15^\circ$  e  $15,85^\circ$ ) foram identificados no método desenvolvido (método 2), mas quase não são detectados no método 1. Essa dificuldade na detecção de picos poderia afetar a interpretação e caracterização dos cimentos analisados se os ensaios fossem conduzidos exclusivamente pelo método 1.

e) COBC PII: MTA Pro-Root branco



Campus Univ Darcy Ribeiro

[RAIO-X]IG (MDI/JADE9)



Campus Univ Darcy Ribeiro

[RAIO-X]IG (MDI/JADE9)

Figura 53: Difratoograma: (a) COBC PII-1-1d; (b) COBC PII-2-1d.

A composição mineralógica das pastas do COBC PII com 1 dia de hidratação é apresentada nos difratogramas mostrados na Figura 53. Nas análises, foram identificadas como fases majoritárias silicatos de cálcio ( $C_2S$  e  $C_3S$ ), a calcita ( $CaCO_3$ ), a portlandita ( $Ca(OH)_2$ ), a etringita ( $C_6AS_3.H_{32}$ ) e o óxido de bismuto ( $Bi_2O_3$ ).

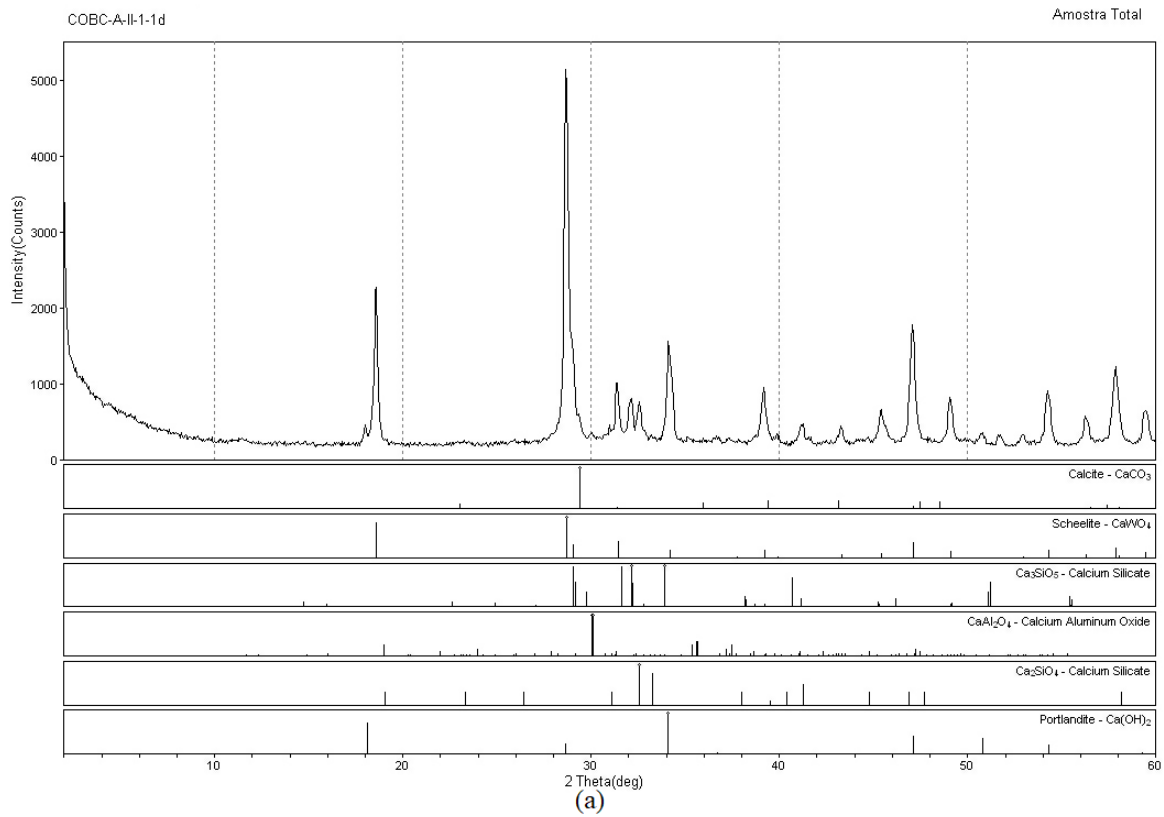
As fases principais, para essa análise, foram encontradas em  $2\theta = 34,25^\circ$ ;  $41,3^\circ$  e  $51,8^\circ$  para o  $C_3S$ ,  $2\theta = 32,2^\circ$ ;  $39^\circ$  e  $41,3^\circ$  para o  $C_2S$ ,  $2\theta = 29,5^\circ$  e  $39^\circ$  para a calcita,  $2\theta = 18^\circ$  e  $34,1^\circ$  para o hidróxido de cálcio (portlandita),  $2\theta = 9,15^\circ$  e  $15,85^\circ$  para a etringita e  $2\theta = 25,7^\circ$ ;  $27,3^\circ$  e  $46,4^\circ$  para o óxido de bismuto.

Ao analisar os difratogramas, observa-se que método 2 apresentou uma intensidade máxima de aproximadamente 6000 cs (counts) para o pico principal, enquanto o método 1 registrou uma intensidade máxima de 3500 cs. Essa diferença indica que os picos identificados pelo método 2 possuem uma maior intensidade em comparação aos picos do método 1.

É relevante ressaltar que, nessa análise, os picos principais da etringita ( $2\theta = 9,15^\circ$  e  $15,85^\circ$ ) também foram identificados no método desenvolvido (método 2), mas não foram detectados através do método 1. Essa constatação reforça ainda mais a superioridade do método desenvolvido (método 2) em relação ao método 1.

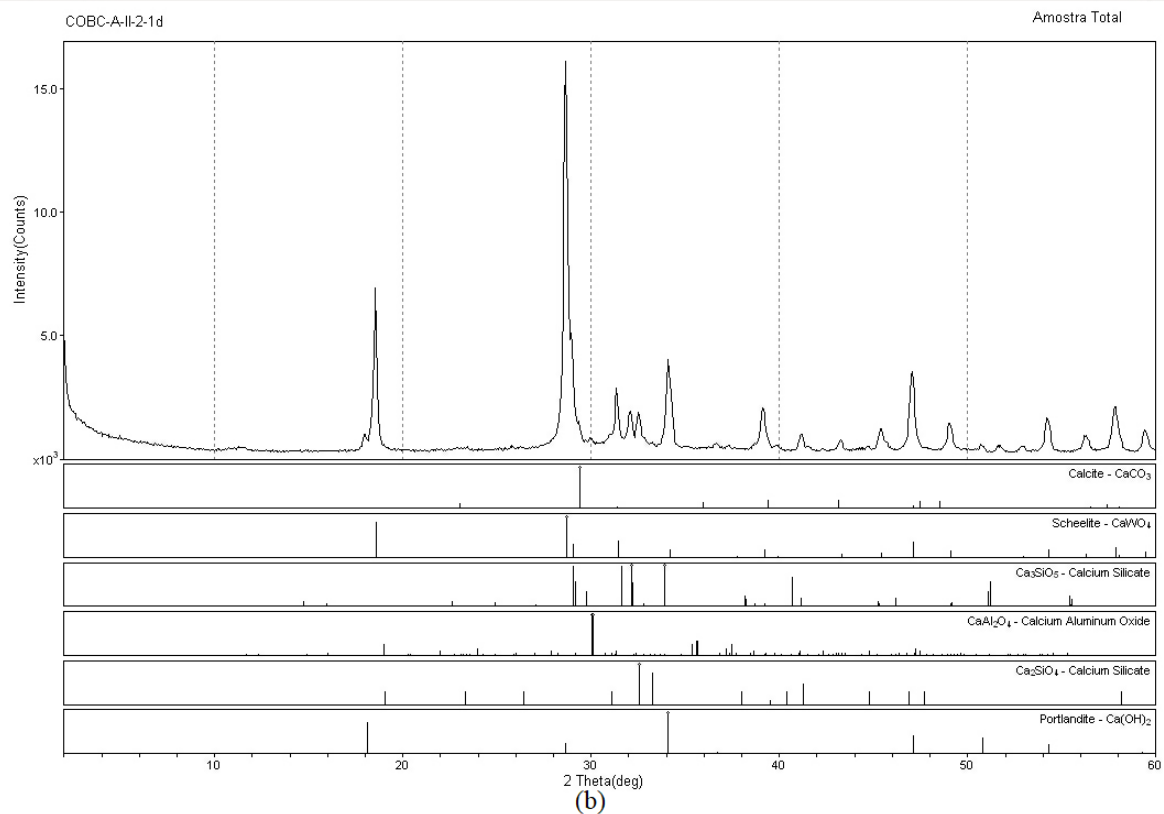
f) COBC AII: MTA Angelus branco





Campus Univ Darcy Ribeiro

[RAIO-XIG] (MDI/JADEB)



Campus Univ Darcy Ribeiro

[RAIO-XIG] (MDI/JADEB)

Figura 54: Difratoograma: (a) COBC AII-1-1d; (b) COBC AII-2-1d.

Na composição mineralógica das pastas do COBC AII-1d observada na Figura 54, foram identificadas as fases majoritárias de silicatos de cálcio ( $C_2S$  e  $C_3S$ ), a calcita ( $CaCO_3$ ), o tungstato de cálcio ( $CaWO_4$ ) e a portlandita ( $Ca(OH)_2$ ).

As fases principais, para essa análise, foram encontradas em  $2\theta = 34,25^\circ$ ;  $41,3^\circ$  e  $51,8^\circ$  para o  $C_3S$ ,  $2\theta = 32,2^\circ$ ;  $39^\circ$  e  $41,3^\circ$  para o  $C_2S$ ,  $2\theta = 29,5^\circ$  e  $39^\circ$  para a calcita,  $2\theta = 18,65^\circ$  e  $28,9^\circ$  para o tungstato de cálcio e  $2\theta = 18^\circ$  e  $34,1^\circ$  para o hidróxido de cálcio (portlandita).

Entretanto, foram encontradas diferenças significativas entre os cimentos hidratados. Enquanto nos outros cimentos brancos analisados foi identificada a presença de etringita, no COBC AII essa fase não foi detectada. Essa discrepância era esperada, uma vez que o COBC AII não contém gesso em sua composição, assim como constatado nos ensaios de caracterização dos cimentos anidros.

Além disso, outra diferença encontrada está relacionada aos agentes radiopacificadores utilizados nos cimentos odontológicos. No caso do COBC AII, o óxido de bismuto ( $Bi_2O_3$ ) foi substituído pelo tungstato de cálcio (Scheelita ou  $CaWO_4$ ), com o objetivo de aprimorar sua estética. As fases principais desses picos foram observadas em  $2\theta = 18,65^\circ$  e  $28,9^\circ$ .

Durante a análise dos difratogramas, foi observado que o método 2 exibiu uma intensidade máxima superior a 15000 cs (counts) para o seu pico principal, ao passo que o método 1 registrou uma intensidade de 5000 cs. Essa diferença reafirma a superioridade analítica do método 2.

Após concluir as análises comparativas entre os métodos, observou-se que os difratogramas gerados pelo método 2 apresentaram uma maior quantidade de picos e uma intensidade mais elevada em comparação aos difratogramas obtidos pelo método de preenchimento da semiesfera (Método 1), corroborando com resultados encontrados para os cimentos anidros. Portanto, os difratogramas obtidos pelo método intermediário, utilizando o preenchimento de cimento em forma de filete (Método 2), também serão utilizados para as análises comparativas dos cimentos hidratados.

#### 4.3.2 Difração de raios-X nos cimentos com 1 dia de hidratação: Comparação entre os cimentos presentes em cada grupo de estudo

A seguir, são apresentados os resultados das análises de DRX dos seis tipos de cimentos com 1 dia de hidratação. Estes cimentos foram separados em dois grupos (Grupo I: cimentos

cinzas e Grupo II: cimentos brancos) para que fosse realizada a comparação entre os cimentos. Foram realizadas as análises com preenchimento de cimento em forma de filete por ter se apresentado como o ensaio mais adequado para a caracterização dos materiais estudados.

Nas comparações entre os cimentos, foram realizadas comparações e análises dos compostos cristalinos presentes e ausentes em cada cimento. Nos resultados das análises comparativas, serão utilizadas as legendas (abreviaturas) apresentadas na Tabela 21.

Tabela 21: Legenda para os principais compostos encontrados nos cimentos hidratados.

Nome do composto	Composição em óxidos	Abreviatura
Silicato tricálcico (Alita)	$3\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$	$\text{C}_3\text{S}$
Silicato dicálcico (Belita)	$2\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$	$\text{C}_2\text{S}$
Carbonato de cálcio (Calcita)	$\text{CaCO}_3$	Ca
Óxido de magnésio (Periclásio)	$\text{MgO}$	M
Óxido de bismuto	$\text{Bi}_2\text{O}_3$	Bi
Tungstato de cálcio (Scheelita)	$\text{CaWO}_4$	Sc
Hidróxido de cálcio (Portlandita)	$\text{Ca}(\text{OH})_2$	CH
Trisulfoaluminato de cálcio (Etringita)	$\text{C}_6\text{AS}_3 \cdot \text{H}_{32}$	Et

a) Comparação entre os cimentos cinzas hidratados presentes no Grupo I com o método intermediário de análise adotado (Método 2).

A seguir, é apresentada a comparação entre os cimentos cinzas presentes no Grupo I com o método intermediário de análise adotado (Método 2) a 1 dia de hidratação. Na Figura 55, os difratogramas dos três cimentos são colocados sobre a mesma intensidade de seus picos.

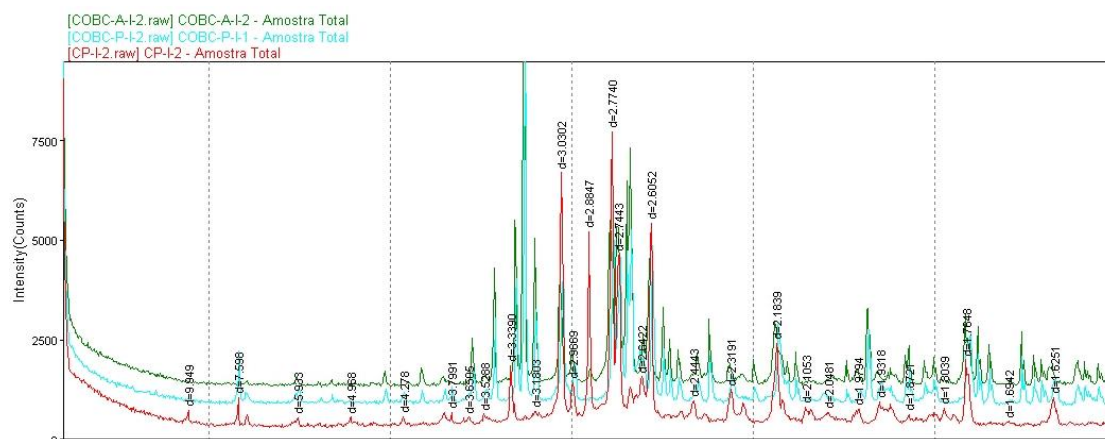


Figura 55: Comparativo com a intensidade dos picos entre os difratogramas dos cimentos cinzas com 1 dia de hidratação.

A Figura 56 também foi elaborada com uma maior precisão na descrição dos ângulos, permitindo uma visualização mais detalhada dos picos característicos de cada composto. Essa abordagem visa facilitar as análises comparativas, fornecendo informações mais precisas sobre as características estruturais dos materiais em estudo.

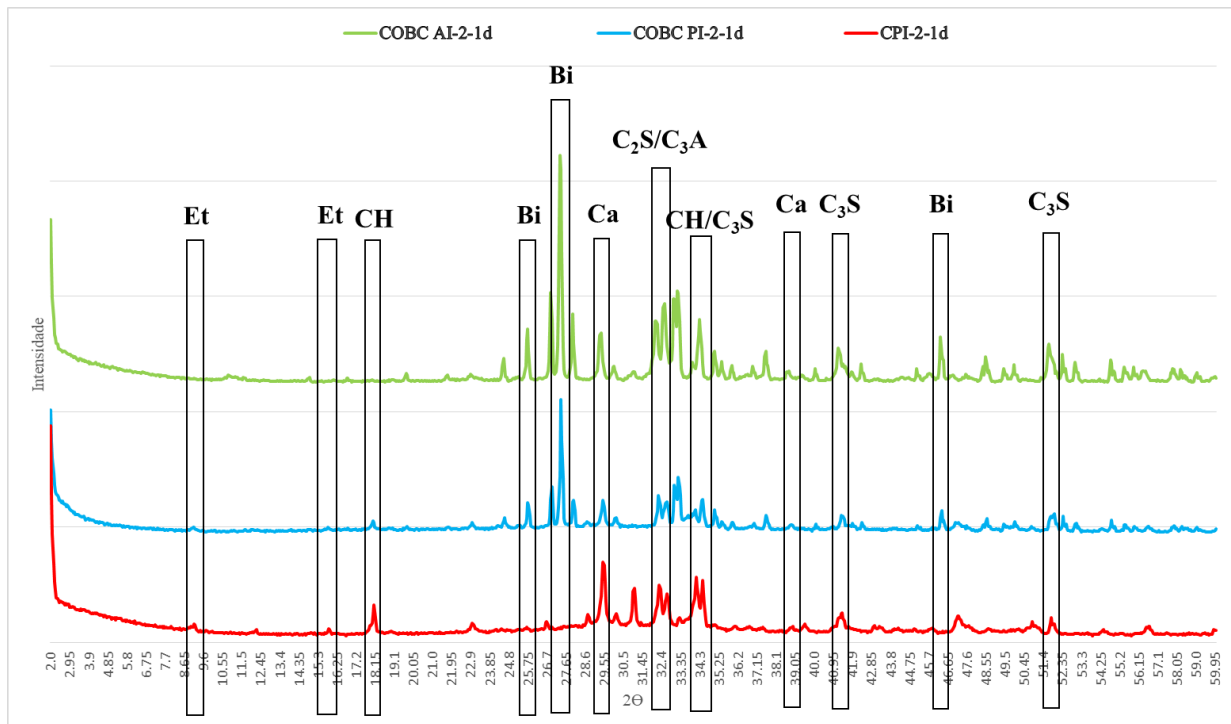


Figura 56: Ampliação do comparativo dos difratogramas dos cimentos com 1 dia de hidratação do grupo 1 com detecção dos compostos.

Em resumo, os difratogramas referentes às pastas de cimentos cinzas com 1 dia de hidratação, apresentados na Figura 55 e na Figura 56, revelaram a presença das fases típicas do clínquer de cimento Portland, a saber: alita ( $C_3S$ ) e belita ( $C_2S$ ), bem como a presença de calcita ( $CaCO_3$ ), aluminato tricálcico ( $C_3A$ ) e portlandita ( $Ca(OH)_2$ ). Foram observadas pequenas variações na presença desses compostos entre os diferentes tipos de cimentos, sendo um dos destaques a ausência de etringita ( $C_6AS_3.H_{32}$ ) nos cimentos odontológicos da marca Angelus.

No contexto da hidratação do cimento, a etringita é um dos primeiros produtos a se formar, com a ocorrência do surgimento de cristais alguns minutos após o aglomerante entrar em contato com a água (MELO, 2010). A etringita é formada pela reação dos aluminatos presentes no clínquer com a água, sendo um composto crucial nos materiais cimentícios influenciando significativamente o comportamento reológico da pasta de cimento (POUPELLOZ *et al.*, 2020).

Inicialmente, há essa formação de agulhas de etringita na solução, que posteriormente se transformam em monossulfato com o aumento da idade de hidratação, conforme descrito por Paulon e Kirchhein (2011). Essa transformação pode contribuir como um fator que possibilita o ataque por sulfato no concreto (PAULON & KIRCHHEIN, 2011), o que pode resultar em problemas também para a prática odontológica.

Nos difratogramas, a presença da etringita é identificada pelos picos em  $2\theta = 9,15^\circ$  e  $15,85^\circ$ , que correspondem a ângulos de difração característicos dessa fase mineral. Isso se encontra em concordância com os estudos de Masoudi e Hooton (2019) e Liu *et al.* (2020) que encontraram a posição da reflexão mais intensa para a etringita em  $2\theta = 9,1^\circ$ .

O hidróxido de cálcio (CH) é um dos principais produtos formados durante a hidratação do cimento Portland, e sua presença foi verificada em todas as amostras de pasta analisadas, conforme ilustrado na Figura 56. Durante o processo de hidratação, as fases anidras dos silicatos de cálcio ( $C_2S$  e  $C_3S$ ) reagem com a água, resultando na formação de compostos hidratados, como o gel de silicato de cálcio hidratado (C-S-H) e o hidróxido de cálcio.

A presença do hidróxido de cálcio é identificada pelos picos de difração em  $2\theta = 18^\circ$  e  $34,1^\circ$ , em concordância com o estudo de Torres-Carrasco *et al.* (2017). Esses picos correspondem aos ângulos de difração característicos do hidróxido de cálcio e também foram encontrados na Figura 56.

O hidróxido de cálcio é uma fase cristalina que pode ser observada nas primeiras etapas de hidratação do cimento e pode persistir ao longo do tempo. Quando comparado ao C-S-H apresenta pequena colaboração na resistência e prejudica negativamente a resistência química e a durabilidade dos materiais cimentícios em ambientes ácidos e sulfatados (MEHTA & MONTEIRO, 2014).

Outra diferença notável entre os materiais reside na utilização do óxido de bismuto ( $Bi_2O_3$ ) como agente radiopacificador nos COBCs. Esse composto de alta densidade é adicionado com o propósito de conferir propriedades radiopacas aos cimentos, possibilitando uma visualização mais clara em radiografias durante os procedimentos odontológicos (WERLANG *et al.*, 2015). Essa incorporação reflete o constante compromisso em aprimorar e adaptar os cimentos e, assim, dar origem a materiais com bases aprimoradas e cada vez mais específicas para o uso na Odontologia (CAMILLERI, 2020).

Na Figura 56, é possível observar os padrões de difração dos cimentos cinzas investigados, onde é possível verificar esses picos de  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  exclusivos dos COBCs em  $2\theta = 25,7^\circ$ ,  $27,3^\circ$  e  $46,4^\circ$ , sendo o composto com maior intensidade de pico nestes cimentos. Isso ocorre devido à sua presença significativa nesses cimentos, representando cerca de 25% de suas composições, como confirmado pelos resultados de FRX apresentados na Tabela 9.

Outrossim, na Figura 56, é possível observar picos similares de  $\text{C}_2\text{S}$  ( $2\theta = 32,2^\circ$ ;  $39^\circ$  e  $41,3^\circ$ ) e  $\text{C}_3\text{S}$  ( $2\theta = 34,25^\circ$ ;  $41,3^\circ$  e  $51,8^\circ$ ) em todos os materiais, bem como a presença da calcita ( $2\theta = 29,4^\circ$  e  $39^\circ$ ).

Como resultado, constata-se uma relativa similaridade entre os cimentos cinzas em relação à composição e às propriedades, com destaque para as diferenças na presença de agentes radiopacificadores nos COBCs e na ausência de etringita no COBC AI-1d, conforme demonstrado nesta seção.

b) Comparação entre os cimentos brancos hidratados presentes no Grupo II com o método intermediário de análise adotado (Método 2).

A seguir, é apresentada a comparação entre os cimentos brancos presentes no Grupo II com o método intermediário de análise adotado (Método 2) a 1 dia de hidratação. Na Figura 57, os difratogramas dos três cimentos são colocados sobre a mesma intensidade de seus picos.

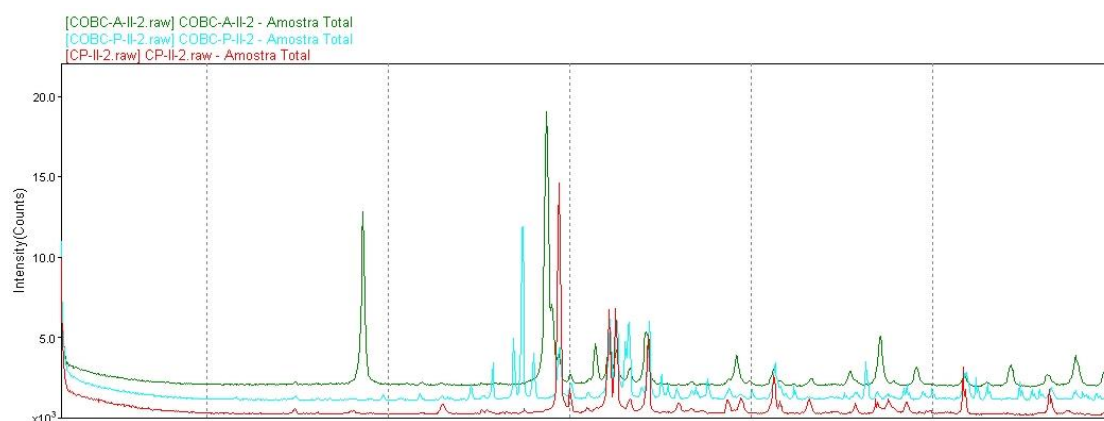


Figura 57: Comparativo com a intensidade dos picos entre os difratogramas dos cimentos brancos com 1 dia de hidratação.

Adicionalmente, a Figura 58 foi elaborada com o intuito de aprimorar a percepção visual da análise. Houve uma alteração no posicionamento inicial das intensidades nos difratogramas, visando estabelecer uma distância apropriada entre eles. Além disso, a descrição dos ângulos

foi elaborada com maior acurácia, possibilitando uma observação mais minuciosa dos picos característicos de cada composto.

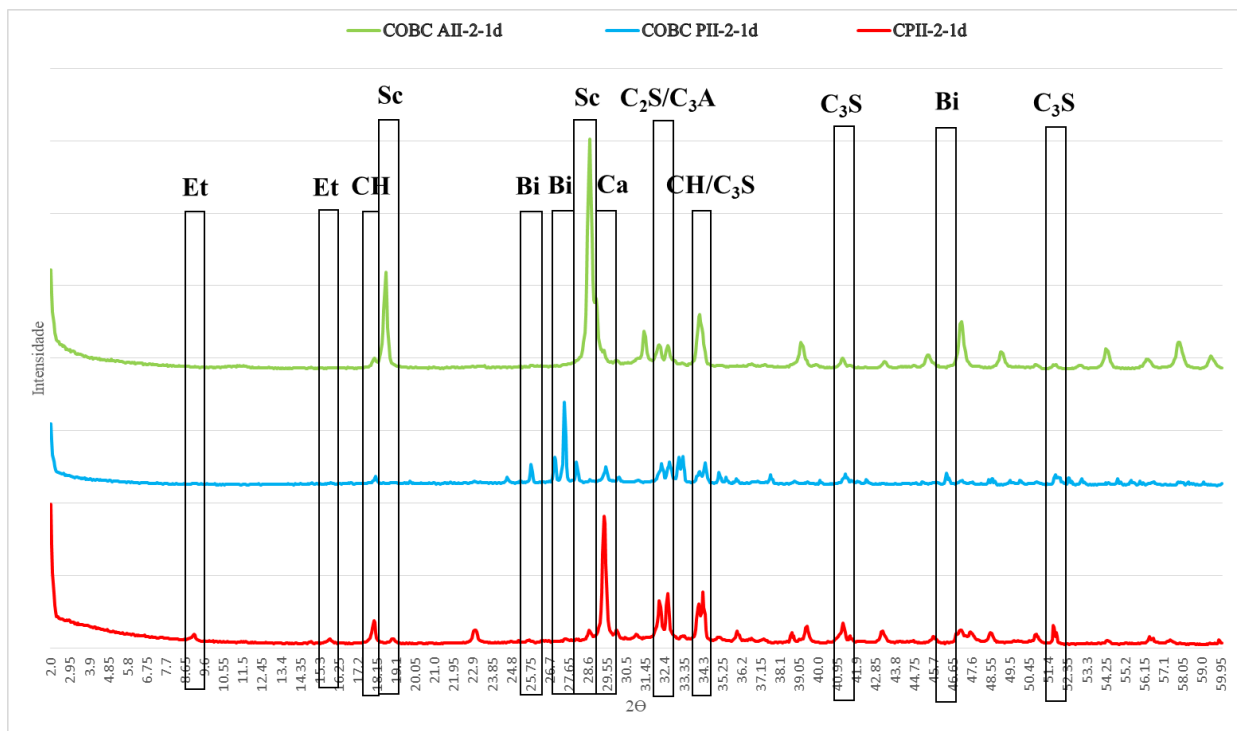


Figura 58: Ampliação do comparativo dos difratogramas dos cimentos com 1 dia de hidratação do grupo 2 com detecção dos compostos.

Em resumo, os difratogramas referentes aos cimentos brancos estudados com 1 dia de hidratação, apresentados na Figura 57 e na Figura 58, revelaram a presença das fases típicas do clínquer de cimento Portland, a saber: alita ( $C_3S$ ) e belita ( $C_2S$ ), bem como a presença de calcita ( $CaCO_3$ ), aluminato tricálcico ( $C_3A$ ) e portlandita ( $Ca(OH)_2$ ). Foram observadas pequenas variações na presença desses compostos entre os diferentes tipos de cimentos, sendo um dos destaques a ausência de etringita ( $C_6AS_3.H_{32}$ ) nos cimentos odontológicos da marca Angelus.

No âmbito da hidratação do cimento branco, a etringita é uma das primeiras fases cristalinas a se formar. Nos difratogramas, a presença da etringita no CPC II e no COBC PII é identificada pelos picos em  $2\theta = 9,15^\circ$  e  $15,85^\circ$ , que correspondem a ângulos de difração característicos dessa fase mineral, de maneira semelhante ao que é observado nos cimentos cinzas.

A presença da etringita é comum em cimentos onde o sulfato está presente como componente adicional, como o gesso (sulfato de cálcio di-hidratado) adicionado durante fabricação do cimento para controlar as propriedades de pega/presa. No entanto, nos MTAs brancos da Angelus (COBC AII), a ausência de sulfatos na formulação impede a formação da etringita.

Outra diferença observada entre os materiais em análise é a adição de óxido de bismuto e tungstato de cálcio como agentes radiopacificadores nos cimentos odontológicos. Com o MTA/COBC se estabelecendo como um modelo padrão entre os materiais utilizados no mercado, ele tem sido extensivamente estudado ao longo dos anos para superar suas desvantagens (AMARAL, 2020).

Um resultado notável dessa evolução foi a substituição do óxido de bismuto pelo tungstato de cálcio no MTA Angelus branco. Essa mudança foi motivada pela observação de um efeito estético indesejado nos pacientes, causado pela presença do óxido de bismuto em sua composição, resultando na descoloração dos cimentos (AMARAL, 2020). Conforme informado pelo fabricante, essa nova formulação do produto preserva as propriedades químicas do MTA/COBC, além de apresentar melhorias em suas propriedades físicas relacionadas à manipulação (GUIMARÃES *et al.*, 2018).

Levando em consideração esses agentes radiopacificadores, na Figura 58, é possível verificar esses picos de bismita ( $\text{Bi}_2\text{O}_3$ ), exclusivos do COBC PII, em  $2\theta = 25,7^\circ$ ,  $27,3^\circ$  e  $46,4^\circ$ , bem como os picos de scheelita ( $\text{CaWO}_4$ ), exclusivos do COBC AII, em  $2\theta = 18,65^\circ$  e  $28,9^\circ$ .

Em relação ao hidróxido de cálcio (CH), é importante destacar que ele é um dos principais produtos resultantes da hidratação do cimento Portland e sua presença foi confirmada em todas as pastas analisadas neste estudo. A identificação do hidróxido de cálcio pode ser feita por meio dos picos de difração presentes nos difratogramas, especificamente em  $2\theta = 18^\circ$  e  $34,1^\circ$ , conforme mencionado no estudo conduzido por Torres-Carrasco *et al.* (2017). Esses picos correspondem aos ângulos de difração característicos do hidróxido de cálcio e podem ser observados na Figura 58 deste trabalho. Esses resultados corroboram a presença desse composto nas amostras analisadas, evidenciando a formação do hidróxido de cálcio durante o processo de hidratação do CPC.

Adicionalmente, na Figura 58, pode-se constatar a ocorrência de picos semelhantes, em todas as amostras, relacionados ao  $\text{C}_2\text{S}$  ( $2\theta = 32,2^\circ$ ,  $39^\circ$  e  $41,3^\circ$ ) e ao  $\text{C}_3\text{S}$  ( $2\theta = 34,25^\circ$ ,  $41,3^\circ$  e  $51,8^\circ$ ). Além disso, é possível identificar a presença de picos característicos da calcita ( $2\theta = 29,4^\circ$  e  $39^\circ$ ). Esses resultados demonstram que tanto os compostos  $\text{C}_2\text{S}$  como  $\text{C}_3\text{S}$  estão presentes nos materiais investigados, assim como a calcita, como evidenciado pelos ângulos de difração correspondentes.



Em síntese, observa-se igualmente uma relativa homogeneidade entre os cimentos brancos no que se refere à composição e às características, com especial atenção para as discrepâncias na inclusão de diferentes agentes radiopacificadores nos COBCs e na não detecção de etringita no COBC AII-1d.

## 5 CONCLUSÕES

Em resumo, esta pesquisa teve como objetivo aprofundar o conhecimento sobre as características intrínsecas do cimento Portland, adotando uma abordagem interdisciplinar entre engenharia e Odontologia, por meio de um estudo comparativo entre cimentos cerâmicos à base de clínquer utilizados em ambas as áreas do conhecimento. Estudos anteriores já haviam evidenciado certa similaridade entre os cimentos. No programa experimental, foram avaliados seis tipos de cimentos, sendo dois utilizados na construção civil e quatro na Odontologia. Os cimentos avaliados foram cimentos Portland utilizados na construção civil (CPCs) e cimentos odontológicos à base de clínquer (COBCs: denominação atribuída nesse estudo aos cimentos de MTA). Esses cimentos foram divididos em dois grupos distintos: Grupo 1, composto por três cimentos cinzas, e Grupo 2, composto por três cimentos brancos. Essa divisão possibilitou uma comparação direta entre os diferentes tipos de cimento, facilitando a análise comparativa. Os cimentos na fase anidra foram avaliados por meio de técnicas de fluorescência de raios X (FRX), difração de raios X (DRX), granulometria por raio laser e determinação da superfície específica BET. Além disso, no cimento hidratado, foram realizados ensaios de tempo de pega/presa das amostras, bem como ensaios de resistência à compressão e análise por DRX das pastas com 1 dia de hidratação. A partir da análise comparativa dos dados experimentais, as seguintes conclusões puderam ser obtidas:

- As adaptações realizadas nos ensaios de Fluorescência de Raios-X (FRX) e Difração de Raios-X (DRX), em função da disponibilidade limitada de cimento odontológico, foram consideradas efetivas e bem-sucedidas. Os ensaios adaptados demonstraram um potencial promissor para serem utilizados em futuras pesquisas, fornecendo resultados comparáveis aos ensaios que demandam uma quantidade maior de cimento. Essas adaptações permitem a continuidade dos estudos, viabilizando a análise das amostras disponíveis e garantindo a obtenção de informações relevantes sobre as características dos cimentos odontológicos em questão. Com isso, os métodos e procedimentos adaptados permitiram a obtenção de dados significativos e relevantes para a análise mineralógica e composicional dos cimentos estudados.
- De acordo com os resultados da análise comparativa realizada e a revisão da literatura consultada, foi possível constatar uma semelhança na composição química entre os cimentos Portland da construção civil (CPCs) e os cimentos odontológicos à base de

clínquer (COBCs), com exceção dos agentes radiopacificadores presentes nos COBCs, que conferem a devida radiopacidade. Além disso, foi observada a ausência de gesso nos MTAs/COBCs da Angelus, o que resultou em tempos de pega/presa mais curtos para os COBC AI e COBC AII. Essa semelhança já era esperada, uma vez que os COBCs são derivados dos CPCs, e foi confirmada por meio de técnicas de análises microestruturais, como a fluorescência de raios-X (FRX) e a difração de raios-X (DRX).

- As superfícies específicas BET dos COBCs foram superiores às dos CPCs. A partir disso, deduziu-se que seria necessária uma quantidade maior de água para a hidratação dos cimentos, o que foi confirmado na preparação das pastas, onde os cimentos odontológicos apresentaram um aspecto mais "arenoso".
- Durante a análise das pastas com 1 dia de hidratação, observou-se que os cimentos odontológicos nacionais apresentaram as menores médias de resistência à compressão, enquanto os cimentos da construção civil (CPC I-1d e CPC II-1d) apresentaram as maiores médias. Por meio da técnica de difração de raios-X (DRX), constatou-se que essas pastas de cimento (COBC AI-1d e COBC AII-1d) não apresentaram a formação de etringita durante o processo de hidratação dos cimentos. Essa ausência é atribuída à falta de sulfato de cálcio em suas composições.

Em suma, a comparação entre os cimentos através da correlação entre os resultados de diferentes ensaios proporcionou uma compreensão abrangente das propriedades e características dos seis tipos de cimentos estudados. Essas informações são essenciais para um maior conhecimento dos cimentos utilizados tanto na engenharia quanto na Odontologia, e podem contribuir para futuros avanços e aprimoramentos no desenvolvimento desses materiais. Essa pesquisa representa um passo importante no sentido de explorar e aproveitar as sinergias entre diferentes áreas de estudo, com o objetivo de impulsionar a inovação e promover a excelência em diversos ramos do conhecimento. Apesar dos resultados apresentados nesta pesquisa, é importante ressaltar que ainda são necessários estudos adicionais para uma compreensão mais aprofundada e abrangente do comportamento dos cimentos estudados.

## 5.1 SUGESTÕES PARA PESQUISAS FUTURAS

A partir dos dados apresentados e das análises realizadas, para continuar o desenvolvimento desse estudo, recomenda-se:

- Investigar os materiais por outras técnicas, como a Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e a Termogravimetria (TG).
- Avaliar mais propriedades físicas dos cimentos, como expansibilidade, porosidade e retração.
- Examinar propriedades pertinentes à aplicação dos cimentos odontológicos, como radiopacidade, solubilidade e biocompatibilidade.
- Avaliar a microestrutura das pastas de cimento ao longo de diversas idades de hidratação.
- Realizar os ensaios de resistência à compressão dos cimentos também nas idades de 3, 7 e 28 dias de hidratação.
- Investigar a influência da adição de pozolanas sintéticas nos cimentos odontológicos à base de clínquer (COBCs).
- Investigar a influência de outros óxidos no processo de sinterização e produção de novos cimentos cerâmicos.

## REFERÊNCIAS

ABNT, Associação Brasileira de Normas Técnicas. **NBR 16607**: Cimento Portland - Determinação do tempo de pega. Rio de Janeiro, 2018.

ABNT, Associação Brasileira de Normas Técnicas. **NBR 16697**: Cimento Portland - Requisitos. Rio de Janeiro, 2018.

ABNT, Associação Brasileira de Normas Técnicas. **NBR 7215**: Cimento Portland - Determinação da resistência à compressão de corpos de prova cilíndricos. Rio de Janeiro, 2019.

ABNT, Associação Brasileira de Normas Técnicas. **NM 18**: Cimento Portland – Análise química - Determinação de perda ao fogo. Rio de Janeiro, 2012.

ABRÃO, P. C. R. A.; CARDOSO, F. A.; JOHN, V. M. Efficiency of Portland-pozzolana cements: Water demand, chemical reactivity and environmental impact. **Construction and Building Materials**, v. 247, p. 118546, 2020.

AGGARWAL, V. *et al.* Comparative evaluation of push-out bond strength of Pro-Root MTA, Biodentine, and MTA Plus in furcation perforation repair. **Journal Conservative Dentistry**, 16,466-465, 2013.

ALEXANDRE, E. **Substituição parcial do cimento cpv-ari por do lodo de estação de tratamento de água (ETA)**. Dissertação (Mestrado) – Pós-graduação em Tecnologia de Processos Químicos e Bioquímicos, Universidade Tecnológica Federal do Paraná, UTFPR, Pato Branco, 2018.

ALZRAIKAT, H.; TAHA, N. A.; SALAMEH, A. A comparison of physical and mechanical properties of Biodentine and Mineral Trioxide Aggregate. **Journal of Research in Medical and Dental Science**, v. 4, n. 2, p. 121-126.2016, 2016.

AMARAL, C. S. S. **Cimentos biocerâmicos e sua aplicabilidade na endodontia: revisão de literatura**. 2020. 48 f. Monografia (Especialização) - Curso de Odontologia, Odontologia, Faculdade Maria Milza, Governador Mangabeira –, 2020. Cap. 6.

AMEZCUA, O.; GONZALEZ, A. C.; BORGES, A. H.; BANDECA, M. C.; ESTRELA, C. R.; ESTRELA, C. Capacidade de selamento de materiais retrobturadores. **J Contemp Dent Pract.** 2015; 16 (3):210–214. doi: 10.5005/jp-journals-10024-1663.

ANDRADE, D. S. **Microestrutura de pastas de cimento portland com nanossílica coloidal e adições minerais altamente reativas.** Tese (Doutorado), Universidade de Brasília, 2016.

ANGELUS. **Bula digital** – Linha MTA: MTA Angelus, 2021. Disponível em: <https://angelus.ind.br/assets/uploads/2019/12/27102021-MTA-ANGELUS-Bula.pdf>. Acesso em: 09 de maio de 2023.

ANGELUS. **Folder digital** – Linha MTA: MTA Repair HP, MTA Angelus, Aplicador de MTA, MTA-Fillapex, 2016. Folder. Disponível em: [https://www.dentalcremer.com.br/static/version1608270448/frontend/Utilidades\\_Clinicas/cremer/pt\\_BR/images/pages/catalogos/catalogo\\_angelus\\_linha\\_mta.pdf](https://www.dentalcremer.com.br/static/version1608270448/frontend/Utilidades_Clinicas/cremer/pt_BR/images/pages/catalogos/catalogo_angelus_linha_mta.pdf) Acesso em: 13 de mar. de 2022.

ANGELUS. Indústria de Produtos Odontológicos S/A {homepage}. **Bio-C Sealer.** Disponível em: <http://angelus.ind.br/Bio-C-Sealer-371.html/>, 2018.

ANGELUS. **Perfil técnico científico – Linha MTA Angelus: Cimento reparador,** 2019. Disponível em: <https://angelus.ind.br/assets/uploads/2019/12/Perfil-Tecnico-MTA-ANGELUS.pdf>. Acesso em: 13 de maio de 2023.

ANSI/ADA, American National Standards Institute / American Dental Association. **Specification nº 96: Dental water-based cements,** 2000.

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

AXTON. **Cimento CPB-40 branco estrutural 15kg Axton.** Disponível em: [https://www.leroymerlin.com.br/cimento-cpb-40-branco-estrutural-15kg-axton\\_89388572](https://www.leroymerlin.com.br/cimento-cpb-40-branco-estrutural-15kg-axton_89388572). Acessado em 29 de maio de 2023.

BARROS, C. M. B.; OLIVEIRA, S. V.; DANTAS, D. C. R. E.; FONTES, L. B. C.; COSTA, A. C. F. M.; VIANA, K. M. S. **Caracterização de um novo cimento endodôntico**

**MTA/HAp.** 56º Congresso Brasileiro de Cerâmica. 03 a 06 de junho de 2012, Curitiba, PR, Brasil.

BATTAGIN, A. F. **O cimento Portland no Brasil.** IN: *Materias de construção civil e princípios de ciência e engenharia de materiais.* Ed. ISAIA, G.C. 2. ed. - São Paulo: Editora Ibracon, 2010. p.761-790.

BAUER, L. A. F. **Materiais de construção,** Vol I. 5ª edição. Rio de Janeiro: LTC, 2011.

BELÍO-REYES, I. A.; BUCIO, L.; CRUZ-CHAVEZ, E. Phase composition of Pro-Root mineral trioxide aggregate by X-ray powder diffraction. **Journal of Endodontics**, v. 35, n. 6, pp. 875-878, Article ID 10.1016/j.joen.2009.03.004, 2009.

BENTZ, D. P.; GARBOCZI, E. J.; HAECKER, C. J.; JENSEN, O. M. Effects of cement particle size distribution on performance properties of Portland cement-based materials. **Cement and Concrete Research.** 1999; 29(10):1663–1671. doi: 10.1016/S0008-8846(99)00163-5.

BERENGUER, R. A. **Estudo da durabilidade e influência da adição da cinza do bagaço da cana-de-açúcar nas propriedades do concreto.** Dissertação (Mestrado em Estruturas) – Programa de Pós-graduação em Engenharia Civil, UFPE, Pernambuco, 2019.

BISHOP, M.; BOTT, S.; BARRON, A. R. A New Mechanism for Cement Hydration Inhibition: Solid-State Chemistry of Calcium Nitritoltris (methylene) triphosphonate, **Chemistry of Materials**, V.15 (16), 2003.

BORTOLUZZI, E. A. *et al.* The use of a setting accelerator and its effect on pH and calcium ion release of mineral trioxide aggregate and white Portland cement. **J. Endod**, v. 32, n. 12, p. 1194-1197, Dec. 2006.

CAI, Y. *et al.* The effects of nano SiO<sub>2</sub> on the properties of fresh and hardened cementbased materials through its dispersion with silica fume. **Construction and Building Materials**, p. 770–780, 2017. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.05.091>>.

CAMILLERI, J. Characterization of hydration products of mineral trioxide aggregate. **International Endodontic Journal**, v. 41, n. 5, pp. 408-417, Article ID 10.1111/j.1365-2591.2007.01370.x, 2008.

CAMILLERI, J. Classification of Hydraulic Cements Used in Dentistry. **Frontiers In Dental Medicine**, [S.L.]. Frontiers Media SA. v. 1, 8 set., 2020.

CAMILLERI, J. Hydration mechanisms of mineral trioxide aggregate. **International Endodontic Journal**, v. 40, n. 6, pp. 462-470, Article ID 10.1111/j.1365-2591.2007.01248.x, 2007.

CAMILLERI, J.; MALLIA, B. Evaluation of the dimensional changes of mineral trioxide aggregate sealer. **Int. Endod. J.**, Mai; 44(5):416-24, 2011.

CAMILLERI, J.; MONTESIN, F. E.; BRADY, K.; SWEENEY, R.; CURTIS, R. V.; PITT FORD, T. R. The constitution of mineral trioxide aggregate. **Dental Materials**, v. 21, n. 4, pp. 297-303, Article ID 10.1016/j.dental.2004.05.010, 2005.

CAMILLERI, J.; MONTESIN, F. E.; DI SILVIO, L.; FORD, T. R. P. The chemical constitution and biocompatibility of accelerated Portland cement for endodontic use. **Int Endod J.**, pp. 834-842 (2), 2005.

CARVALHO, M. *et al.* **Apicetomia seguida de obturação retrógrada com agregado Trióxido Mineral (MTA) - Relato de caso clínico**, 2005.

CARVALHO-JUNIOR, J. R.; CORRER-SOBRINHO, L.; CORRER, A. B.; SINHORETI, M.; SIMONIDES, C. S.; NETO M. D. S. Solubility and Dimensional Change after Setting of Root Canal Sealers: A Proposal for Smaller Dimensions of Test Samples. **J Endod** 2007 Set; 33:1110–1116.

CHANG, S. W. Chemical Composition and Porosity Characteristics of Various Calcium Silicate-Based Endodontic Cements. Published online 2018 Feb 1. doi: 10.1155/2018/2784632. **Bioinorganic Chemistry and Applications**. Volume 2018, doi.org/10.1155/2018/2784632.

CHIBINSKI, A.; CZLUSNIAK, G. **Utilização Do Agregado Trióxido Mineral (MTA) em Pulpotomias de Dentes Decíduos: Relato de Caso**. UEPG, Ponta Grossa, 2003.

CIANCONI L.; PALOPOLI, P.; CAMPANELLA, V.; MANCINI, M. Composition and microstructure of MTA and Aureoseal Plus: XRF, EDS, XRD and FESEM evaluation.



Published 1 December 2016. **European journal of paediatric dentistry**. Dent. 2016;17:281–285.

CINCOTTO, A. M. **Reações de Hidratação e Pozolânicas**. In: ISAIA, C. G. **Concreto: Ciência e Tecnologia**. São Paulo: IBRACON, v. 1, Cap. 11, 2011.

CORDEIRO. G. C. **Utilização de Cinza Ultrafina do Bagaço de Cana de Açúcar e de Casca de Arroz como Aditivos Minerais em Concreto**. Tese de Doutorado – Programa de Pós-Graduação Engenharia Civil, Universidade Federal do Rio de Janeiro, 2006.

CORREIA, V. **Agregado Trióxido Mineral e a sua utilização em Odontopediatria**, Dissertação de Mestrado. Universidade do Porto, 2010.

COSTA, C.; CARVALHO, P. A.; BORDADO, J. C.; NUNES, A. Estudo de Argamassas de Base Cimentícia por Microscopia Electrónica de Varrimento. **Ciência & Tecnologia dos Materiais**, v.21 n.3-4, Lisboa, 2009.

COSTA, D. D.; MARIANO, M. M. C.; MUNIZ, Y. S.; DUPLAT, C. B. S.; PATROCINIO, D. S. J.; SANTOS, J. L. S. Agregado de Trióxido Mineral – Uma revisão de sua composição, mecanismo de ação e indicações clínicas. **Rev. Saude. Com**, v. 8, n. 2, p. 24-33, 2012.

COSTA, E. B. **Aproveitamento do resíduo de anodização do alumínio na produção do cimento sulfoaluminato de cálcio belítico**. Dissertação (Mestrado em Construção Civil) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, UFRGS, Porto Alegre, 2013.

DAMMASCHKE, T.; GERTH, H. U.; ZÜCHNER, H.; SCHAFFER, E. Chemical and physical surface and bulk material characterization of white Pro-Root MTA and two Portland cements. **Dental Mater**, Aug; 21(8):731-8, 2005.

DAWOOD, A. E. *et al.* Push-out bond strength of CPP-ACP modified calcium silicate-based cements. **Dental Materials Journal**, v. 34, n. 4, p.490-494, 2015.

DEAL, B. F. *et al.* Chemical and physical properties of MTA, Portland cement, and a new experimental material, Fast-Set MTA. **J Endod**, v.28, n.3, p. 252, Mar. 2002.

DENTSPLY Sirona. **Folha de dados de segurança do material**. Disponível em: <https://www.dentsplysirona.com/en-ca/shop/Pro-Root-mta-root-repair-refill-kit.html>.

Acessado em 15 de abril de 2023.

DE SOUZA, L. C.; YADLAPATI, M.; LOPES, H. P.; SILVA, R.; LETRA, A.; ELIAS, C. N. Physico-chemical and Biological Properties of a New Portland Cement-based Root Repair Material. **Eur Endod J.** 2017;3(1):38-47. doi:10.5152/eej.2017.17008, 2017.

DUARTE, M. A. H.; DEMARCHI, A. C. C. O.; YAMASHITA, J. C.; KUGA, M. C.; FRAGA, S. C. pH and calcium ion release of 2 root-end filling materials. **Oral Surgery, Oral Medicine, Oral Pathology, Oral Radiology, and Endodontics**, v. 95, n. 3, pp. 345-347, Article ID 10.1067/moe.2003.12, 2003.

DUARTE, M. A. H.; MARCIANO, M. A.; VIVAN, R. R.; TANOMARU, M.; TANOMARU, J. M. G.; CAMILLERI J. Tricalcium silicate-based cements: properties and modifications. **Brazilian Oral Research**, v. 32, suppl. 1, 2018. doi: 10.1590/1807-3107bor-2018.vol32.0070. PMID: 30365611.

ELREASH, A. A.; HAMAMA, H.; ELDARS, W.; LINWEI, G.; EL-DIN, A. M. Z.; XIAOLI, X. Antimicrobial activity and pH measurement of calcium silicate cements versus new bioactive resin composite restorative material. **BMC Oral Health** 19, 235 (2019). Disponível em: <https://doi.org/10.1186/s12903-019-0933-z>. Acesso em: 01 maio. 2023.

ESHTIAGH-HOSSEINI, H.; HOUSAINDOKHT, M. R.; CHAHKANDI, M. Effects of parameters of sol-gel process on the phase evolution of sol-gel-derived hydroxyapatite. **Materials Chemistry and Physics**, v. 106, n. 2-3, pp. 310-316, ID 10.1016/j.matchemphys.2007.06.002, 2007.

FLORENCIO, R. V. S.; SELMO, S. M. S. **Estudo Comparativo de granulometria a laser para fins de reciclagem de resíduos de construção e demolição**. São Paulo, 2006.

FREITAS, S. S.; OLIVEIRA, J. S. Avaliação dos resíduos da indústria de cerâmica vermelha como insumo para a produção de cimento Portland. **Revista Ambiental**, v. 2, p. 80-87, 2016.

GARTNER, A. H.; DORN, S. O. Advances in endodontic surgery. **Dent. Clin. Nor. Am.**, v. 36, n.2, p. 357-77, 1992.

GIRARDI, R. **Estudo da variabilidade do cimento Portland que abasteceu o mercado do Rio Grande do Sul no período de 1992 a 2012**. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, Brasil, 2014.

GOBBO, L. A. **Os compostos do clínquer: Sua caracterização por difração de raios-X e quantificação por refinamento de Rietveld**. Dissertação de Mestrado – Programa de Pós-Graduação em Recursos Minerais e Hidrogeologia. Instituto de Geociências, Universidade de São Paulo. USP: São Paulo, 2003.

GOMES-FILHO, J. E.; WATANABE, S.; GOMES, A. C.; FARIA, M. D.; LODI, C. S.; OLIVEIRA, S. H. P. Evaluation of The Effects of Endodontic Materials On Fibroblast viability and Cytokine Production. **J. Endod.**, 2009.

GROSSMAN, L. I. An improved root canal cement. **Journal of the American Dental Association**. Vol. 56, no. 3, pp. 381-385, Article ID 13513298, 1982.

GUIMARÃES, B. M.; PRATI, C.; DUARTE, M. A. H.; BRAMANTE, C. M.; GANDOLFI, M. G. Physicochemical properties of calcium silicate-based formulations MTA Repair HP and MTA Vitalcem. **Journal of Applied Oral Science**, 5;26:e2017115. 2018.

HENCH, L. L. The future of bioactive ceramics. **Journal of Materials Science**. Materials in Medicine, v. 26, n. 2, pp. 86, ID 10.1007/s10856-015-5425-3, 2015.

HOLLAND, R.; OTOBONI-FILHO, J. A.; SOUZA, V.; FARACO JÚNIOR, I. M.; NERY, M. J.; BERNABÉ, P. F.; DERZAN JÚNIOR, E. Reaction of rat connective tissue to implanted dentin tube filled with mineral trioxide aggregate, portland cement or calcium hydroxide. **Braz. Dental J.**, 12(1): 3-8, 2001.

HOPPE FILHO, J. **Sistemas cimento, cinza volante e cal hidratada: mecanismo de hidratação, microestrutura e carbonatação de concreto**. Tese (Doutorado) – Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. Departamento de Engenharia de Construção Civil. São Paulo – SP, 2008.

HOPPE, J. F. *et al.* Atividade pozolânica de adições minerais para cimento Portland (Parte I): Índice de atividade pozolânica (IAP) com cal, difração de raios-X (DRX), termogravimetria (TG/DTG) e Chappelle modificado. **Revista Matéria**, v. 22, n. 3, 2017.

HUANG, W. *et al.* Effect of cement substitution by limestone on the hydration and microstructural development of ultra-high performance concrete (UHPC). **Cement and Concrete Composites**, v. 77, p. 86–101, 2017.

IEA/WBCSD/CSI - International Energy Agency/World Business Council For Sustainable Development / Cement Sustainability Initiative. **Technology Roadmap: Low-Carbon Transition in the Cement Industry**, [S. l.: s. n.], 2018, Available at: [https://doi.org/10.1007/springerreference\\_7300](https://doi.org/10.1007/springerreference_7300).

International Organization for Standardization. ISO TC/106, **ISO 6876 for dental root canal sealing materials**. Geneva, Switzerland: ISO; 2012.

ISLAM, I.; CHNG, H. K.; YAP, A. U. J. Comparison of the Physical and Mechanical Properties of MTA and Portland Cement. **J Endod.**, 32:193-197, ID 10.1016/j.joen.2005.10.043, 2006.

JÚNIOR, A. S. **Análise quantitativa do material particulado na região de Campinas através das técnicas de microfluorescência de raios X e reflexão total usando radiação sincrotron**. 2007. Tese (Doutorado em Engenharia Civil) – Faculdade de Engenharia Civil, Arquitetura e Urbanismo, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2007.

KAUR, M.; SINGH, H.; DHILLON, J. S.; BATRA, M.; SAINI, M. MTA versus Biodentine: Review of literature with a comparative analysis. **Journal of clinical and diagnostic research**. 2017. <https://doi.org/10.7860/JCDR/2017/25840.10374>.

KHAN, S.; KALEEM, M.; FAREED, M. A.; HABIB, A.; IQBAL, K.; ASLAM, A.; UD DIN, S. Chemical and morphological characteristics of mineral trioxide aggregate and Portland cements. **Dent Mater J**. 2016;35(1):112-117. doi:10.4012/dmj.2015-117. 2016.

KIHARA, Y.; VISEDO, G. **A indústria do cimento e o desenvolvimento do Brasil. Associação Brasileira de Cimento Portland – ABCP**, 2014. Disponível em: <<https://abcp.org.br/imprensa/a-industria-do-cimento-e-o-desenvolvimento-do-brasil/?politica=sim>> Acesso em 27 mar. 2020.

LEE, B. N.; HWANG, Y. C.; JANG, J. H.; CHANG, H. S.; HWANG, I. N.; PARK, Y. J.; FILHO, H. H.; OH, W. M. Improvement of the properties of mineral trioxide aggregate by mixing with hydration accelerators. **J. Endod.**; v. 37, n. 10, p. 1433-1436, Oct. 2011.

LEE, S. J.; MONSEF, M.; TORABINEJAD, M. Sealing ability of a mineral trioxide aggregate for repair of lateral root perforations. **J. Endod.**, Nov;19(11):541-4, 1993.

LEE, Y. L.; LEE, B. S.; LIN, F. H.; LIN, A.Y.; LAN, W. H.; LIN, C. P. Effects of physiological environments on the hydration behavior of mineral trioxide aggregate. **Biomaterials**, pp. 787-793, 2004.

LEONARDO, M. R.; LEONARDO, R. T. **Endodontia: conceitos biológicos e recursos tecnológicos**. São Paulo: Editora Artes Médicas; 2009.

LI, Q.; HURT, A. P.; COLEMAN, N. J. The Application of <sup>29</sup>Si NMR Spectroscopy to the Analysis of Calcium Silicate-Based Cement using Biodentine™ as an Example. **Journal of Functional Biomaterials**. v.10, n.25, pp. 1-18, Maio, 2019. DOI:10.3390/jfb10020025.

LIU, H.; YAZICI, H.; ERGUN, C.; WEBSTER, T. J.; BERMEK, H. An in vitro evaluation of the Ca/P ratio for the cytocompatibility of nano-to-micron particulate calcium phosphates for bone regeneration. **Acta Biomaterialia**, v. 4, n. 5, pp. 1472-1479, ID 10.1016/j.actbio.2008.02.025, 2008.

LIU, S.; OUYANG, J.; REN, J. Mechanism of calcination modification of phosphogypsum and its effect on the hydration properties of phosphogypsum-based supersulfated cement. **Construction and Building Materials**, v. 243, p 1-12, 2020.

LOURENÇO, R. **Estrutura do dente**, 2021. Página inicial. Disponível em: <https://www.kenhub.com/pt/library/anatomia/anatomia-do-dente> Acesso em: 20 de abr. de 2021.

MAHMOUD, O.; AL-AFIFI, N.; FAROOK, M.; IBRAHIM, M.; AL SHEHADAT, S.; ALSAEGH, M. Morphological and Chemical Analysis of Different Types of Calcium Silicate-Based Cements. **International Journal of Dentistry**. 2022. 1-16. 10.1155/2022/6480047.

MARCIANO, M. A.; DUARTE, M. A.; CAMILLERI J. Calcium silicate-based sealers: Assessment of physicochemical properties, porosity and hydration. **Dent Mater**. 2016 Feb;32(2):e30-40.

MASOUDI, R.; HOOTON, R. D. Examining the hydration mechanism of supersulfated cements made with high and low-alumina slags. **Cement and Concrete Composites**, v. 103, p. 193-203, 2019.

MEHTA, P. K.; MONTEIRO, P. J. M. **Concreto: Microestrutura, Propriedades e Materiais**. São Paulo: IBRACON, 2014.

MELO, S. K. **Estudo da formação de etringita tardia em concreto por calor de hidratação do cimento**. 2010. 286 f. Dissertação (Mestrado em Geotecnia e Construção Civil) – Universidade Federal de Goiás, 2010.

MOREIRA, C.; REGO, J. H. S. **Efeito do teor de gipsita na resistência à compressão do cimento LC3**. *Matéria* (Rio de Janeiro), v. 25, n. 1, 2020.

MTA PRO-ROOT. **Pó, Responsável técnico Tulsa Dental**, EUA: Dentsply Sirona, 2023.

NATARAJAN, U. V.; RAJESWARI, S. Influence of calcium precursors on the morphology and crystallinity of sol–gel-derived hydroxyapatite nanoparticles. **Journal of Crystal Growth**, v. 310, n. 21, pp. 4601-4611, ID 10.1016/j.jcrysro.2008.07.118, 2008.

NEVILLE, A. M.; BROOKS, J. J. **Tecnologia do Concreto**. 5ª edição. Bookman, São Paulo, 2016.

NURDIN, D.; PRIMATHENA, I.; FARAH, R. A.; CAHYANTO, A. **Comparison of Chemical Composition between Indonesian White Portland Cement and MTA as Dental Pulp Capping Material**. *KEM* 829:34–9, 2019. DOI: <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/kem.829.34>.

ØDEGAARD, K. S.; TORGERSEN, J.; ELVERUM, C. W. Structural and biomedical properties of common additively manufactured biomaterials: a concise review. **Metals**, v. 10, n. 12, pp. 1677. ID 10.3390/met10121677. 2020.

OLIVEIRA, M. G.; XAVIER, C. B.; DEMARCO, F. F. Comparative chemical study of MTA and Portland cements. **Brazilian Dental Journal**, v. 18, n. 1, pp. 3-7, Article ID 10.1590/s0103-64402007000100002, 2007.

ONAY, E. O.; UNGOR, M.; ARI, H.; BELLI, S.; OGUS, E. Push-out bond strength and SEM evaluation of new polymeric root canal fillings. **Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod**, 2009;107:879–85.

ORSI, I. A.; VAROLI, F. K.; PIERONI, C. H. P.; FERREIRA, M. C. C. G.; BORIE, E. In vitro tensile strength of luting cements on metallic substrate. **Braz. Dental J.**, Ribeirão Preto, v. 25, n. 2, p. 136-40, 2014.

OSIRO, O. A.; KARIUKI, D. K.; GATHECE, L. W. Composition and particle size of mineral trioxide aggregate, portland cement and synthetic geopolymers. 2018. **East African medical journal**.

OU, Z. H.; MA, B. G.; JIAN, S. W. Comparison of FT-IR, thermal analysis and XRD for determination of products of cement hydration. **Advanced Materials Research**. Anais 2011.

PARIROKH, M.; TORABINEJAD, M. Mineral trioxide aggregate: a comprehensive literature review--part II: leakage and biocompatibility investigations. **J Endod.**, Feb; 36:190-202, 2010.

PAULA, L. G de. **Análise Termoeconômica do Processo de Produção de Cimento Portland com Co-processamento de Misturas de Resíduos**. Dissertação mestrado Programa de pós-graduação em Engenharia Mecânica, Instituto de Engenharia Mecânica. 179 fls. UFI, Itajubá, 2009.

PAULON, V.; KIRCHHEIM, A. P. **Nanoestrutura e Microestrutura do Concreto endurecido**. São Paulo: IBRACON, v. 1, 2011.

PECCHIO, M. **A influência de fósforo, enxofre e estrôncio na mineralogia do clínquer**. Dissertação de Mestrado, Programa de Pós Graduação em Mineralogia e Petrologia. São Paulo, 2013.

Perfil MTA Fillapex. indd - **Angelus Dental**, 2023. Disponível em: [www.angelusdental.com/img/arquivos/mta\\_fillapex\\_technical\\_profile\\_download.pdf](http://www.angelusdental.com/img/arquivos/mta_fillapex_technical_profile_download.pdf). Acessado em 9 de maio de 2023.

POUPELLOZ, E.; GAUFFINET, S.; NONAT, A. Study of nucleation and growth processes of ettringite in diluted conditions. **Cement and Concrete Research**, v. 127, p. 1-10, 2020.

RAHIMZADEH, C. Y.; SALIH, A. Systematic Multiscale Models to Predict the Compressive Strength of Cement Paste as a Function of Microsilica and Nanosilica Contents, **Water/Cement Ratio and Curing Ages**. 2022.

RAO, A.; RAO, A.; SHENOY, R. Mineral Trioxide Aggregate. **J. Clin. Pediatr. Dent.**, 34(1):1-8, 2009.

RECHES, Y. Nanoparticles as concrete additives: Review and perspectives. **Construction and Building Materials**, v. 175, p. 483–495, 2018. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.04.214>>.

RIBEIRO, D. V.; MORELLI, M. R. “Effect of Calcination Temperature on the Pozzolanic Activity of Brazilian Sugar Cane Bagasse Ash (SCBA)”. **Materials Research** (São Carlos. Impresso), v. 17, p. 974-981, 2014.

ROADMAP. **Tecnológico do cimento: potencial de redução das emissões de carbono da indústria do cimento brasileira até 2050**. n. Rio de Janeiro, p. 64, 2019.

ROCHA, R.; CITLALLI, A.; PADRÓN, H.; GARDUÑO, G. G.; MARGARITA, V.; ARANDA, G.; LUIS, RAUL. Análisis fisicoquímico del MTA Angelus® y Biodentine® mediante difracción de rayos X, espectrometría de energía dispersiva, fluorescencia de rayos X, microscopio electrónico de barrido y espectroscopía de rayos infrarrojos. **Revista odontológica mexicana**, 2015, 19(3), 174-180. <https://doi.org/10.1016/j.rodmem.2015.07.004>

RODRIGUES, D. C. Q.; SOARES, A. P.; COSTA, E. F.; COSTA, A. O. S. Modelagem matemática de um forno rotativo empregado na produção de clínquer. **Revista Cerâmica**, v. 59, p. 302-309, 2013. <https://doi.org/10.1590/S0366-69132013000200016>

ROMANO, C. A. **Apostila de Tecnologia do Concreto**. Centro Federal de educação tecnológica do Paraná. Paraná, 2004.

SAGHIRI, M. A.; KAZERANI, H.; MORGANO, S. M.; GUTMANN, J. L. Evaluation of Mechanical Activation and Chemical Synthesis for Particle Size Modification of White Mineral Trioxide Aggregate. **Eur. Endod. J.** 5 (2020), 128–133. doi:10.14744/ej.2020.84803.

SANTOS, A. D.; ARAÚJO, E. B.; YUKIMITU, K.; BARBOSA, J. C.; MORAES, J. C. Setting time and thermal expansion of two endodontic cements. **Oral Surgery, Oral Medicine, Oral Pathology and Oral Radiology Endod.**, 106:e77–9, 2008.



SANTOS, S. F.; MOREIRA, L. A.; GOMES, C. L.; OLIVEIRA, R. M.; SALLES, P. V.; JUNIOR, L. A. S. Caracterização da cinza de casca de arroz como adição mineral ao concreto. **Research, Society and Development**. 2019. doi: <https://doi.org/10.33448/rsd-v8i3.727>.

SCHAFER, E.; ZANDBIGLARI, T.; SCHAFER, J. Influence of resin-based adhesive root canal fillings on the resistance to fracture of endodontically treated roots: an in vitro preliminary study. **Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod**, 2007;103:274–9.

SCHULDT, D. P. V., **Análise das propriedades do MTA manipulado com diferentes concentrações de propileno glicol**, Dissertação (Mestrado), Universidade Federal de Santa Catarina, 2014.

SCHWARTZ, R. S.; ROBBINS, J. W. Post placement and restoration of endodontically treated teeth: a literature review. **J Endod**, 2004;30:289–301.

SENSALE, G. R. DE; VIACAVA, I. R. **A study on blended Portland cements containing residual rice husk ash and limestone filler**. v. 166, p. 873–888, 2018.

SEYMOUR, R. B.; KAUFFMAN, G. B. The rise and fall of celluloid. **Journal of Chemical Education**, v. 69, n. pp. 311, 1992.

SNIC. **Sindicato Nacional da Indústria do Cimento** – Relatório Anual, 2021. Página inicial. Disponível em: [http://snic.org.br/assets/pdf/relatorio\\_anual/rel\\_anual\\_2021.pdf](http://snic.org.br/assets/pdf/relatorio_anual/rel_anual_2021.pdf). Acesso em: 15 de maio de 2023.

SOUSA-NETO, M. D.; GUIMARAES, L. F.; SAQUY, P. C.; PECORA, J. D. Effect of different grades of gum rosins and hydrogenated resins on the solubility, disintegration, and dimensional alterations of Grossman cement. **J. Endod.**, v. 25, n. 7, p. 477-480, 1999.

STORM, B.; EICHMILLER, F. C.; TORDIK, P. A.; GOODELL, G. G. Setting expansion of gray and white Mineral Trioxide Aggregate and Portland Cement. **J. Endod.**, 34:80-2, 2008.

TANOMARU-FILHO, M.; LUIS, M. R.; LEONARDO, M. R.; TANOMARU, J. M. G.; SILVA, L. A. B. Evaluation of periapical repair following retrograde filling with different root-end filling materials in dog teeth with periapical lesions, **Oral Surgery, Oral Medicine,**

**Oral Pathology, Oral Radiology, and Endodontics**, vol. 102, no. 1, pp. 127-132, Article ID 10.1016/j.tripleo.2005.09.008, 2006.

TARTUCE, R.; GIOVANNETTI, E. **Princípios básicos sobre concreto de cimento Portland**, 107p. São Paulo: PINI: IBRACON, 1990.

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

TAYLOR, H. F. M.; **Cement Chemistry** (2<sup>a</sup> ed.), Thomas Telford, London, 1997.

TORABINEJAD, M.; CHIVIAN, N. Clinical applications of mineral trioxide aggregate. **Journal of Endodontics**, v. 25, n. 3, pp. 197-205, Article ID 10.1016/S0099-2399(99)80142-3, 1999.

TORABINEJAD, M.; GOODACRE, C. J. Endodontic or dental implant therapy: the factors affecting treatment planning. **Journal of the American Dental Association**, vol. 137, no. 7, pp. 973-977, Article ID 16803823, 2006.

TORABINEJAD, M.; HONG, C. U.; MCDONALD, F.; PITT FORD, T. R. Physical and chemical properties of a new root-end filling material. **Journal of Endodontics**, vol. 21, no. 7, pp. 349-353, Article ID 10.1016/S0099-2399(06)80967-2, 1995.

TORABINEJAD, M.; WATSON, T. F.; PITT FORD, T. R. Sealing ability of a mineral trioxide aggregate when used as a root end filling material. **J. Endod.**, 19:591–5, 1993.

TORABINEJAD, M.; WHITE, D. J. **Tooth filling material and method of use**. Inventors, Loma Linda University, assignee. United States patent US 5415547A. 1993 Apr 23.

TORRES-CARRASCO, M. *et al.* New insights in weathering analysis of anhydrous cements by using high spectral and spatial resolution Confocal Raman Microscopy. **Cement and Concrete Research**, v. 100, n. June, p. 119–128, 2017.

VASSEN, A. B., **Efeitos da adição de carbonato de cálcio nanoparticulado nas propriedades físico-químicas do MTA**, Dissertação (Mestrado), Universidade Federal de Santa Catarina, 2015.

WBCSD - World Business Council for Sustainable Development. **Emissions Report**, 2016. Disponível em: <[https://www.wbcscement.org/GNR-2016/Excel/GNR%20-%20Totals\\_&\\_Averages%20-%20Light%20Report%202016.xls](https://www.wbcscement.org/GNR-2016/Excel/GNR%20-%20Totals_&_Averages%20-%20Light%20Report%202016.xls)>. Acesso em 30 mar. 2020.

WERLANG, A. C.; SLONGO, P.; MEZZOMO, V. C.; FORNARI, V. J. Avaliação da radiopacidade de quatro cimentos endodônticos. **Journal Of Oral Investigations**, [S.L.], v. 4, n. 2, p. 11-17, 30 dez. 2015. Complexo de Ensino Superior Meridional S.A. <http://dx.doi.org/10.18256/2238-510x/j.oralinvestigations.v4n2p11-17>.

WILLIAMS, D. F. **Definitions in biomaterials**. Oxford, UK: Elsevier, 1987.

WILTBANK, K. B.; SCHWARTZ, S. A.; SCHINDLER, W. G. Effect of selected accelerants on the physical properties of mineral trioxide aggregate and Portland cement. **J. Endod.**, 33:1235-8, 2007.

WUCHERPFENNING, A. L.; GREEN, D. B. Mineral trioxide vs. Portland cement: two biocompatible filling materials. **J. Endod.**, Baltimore, v. 25, n. 4, p. 308, Apr., 1999.

YAZIGI, W. **A técnica de edificar**. 11 ed. São Paulo, PINI, 2011.

ZIELINSKI, T. M.; BAUMGARTNER, J. C.; MARSHALL, J. G. An evaluation of Guttaflow and gutta-percha in the filling of lateral grooves and depressions. **J. Endod.**, Mar; 34(3):295-8, 2008.

ZINA, O. **Propriedades físico-químicas de cimentos Portland e à base de MTA associados ao Aloe vera**. Tese (Doutorado), Universidade Federal de Goiás, 2013.