

# Comparação qualitativa da constituição do cimento de Portland e MTA-Angelus® através de difração de raios X

*Qualitative comparison of MTA-Angelus® and Portland cement constitution by X-ray diffraction*

Angela Garcia<sup>1</sup>, Manoel Eduardo de Lima Machado<sup>2</sup>, Maria Leticia Borges Britto<sup>3</sup>, Cleber Keiti Nabeshima<sup>2</sup>, Helder Massaro<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Cirurgiões-dentistas, São Paulo-SP, Brasil; <sup>2</sup>Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo, São Paulo-SP, Brasil; <sup>3</sup>Curso de Especialização em Endodontia da Universidade Cruzeiro do Sul, São Paulo-SP, Brasil.

## Resumo

**Objetivo** – O cimento MTA tem sido utilizado em perfurações radiculares e obturações retrógradas, devido suas excelentes propriedades de selamento e biocompatibilidade, entretanto, seu custo é elevado. Desta maneira, a proposta deste estudo foi comparar qualitativamente os elementos químicos contidos no cimento de Portland e MTA-Angelus® (Mineral Trióxido Agregado). **Métodos** – Cem gramas de cimentos MTA e Portland foram submetidas à difração de raios X, com passo de 0,05°/segundos e leitura de intervalo (2θ) entre os ângulos 3 e 65°. Difratogramas foram obtidos pelo programa Eva-msc Application e os elementos químicos identificados utilizando fichas de identificação *Joint Committee on Powder Diffractin Standard*. **Resultados** – Os minerais calcita (CaCO<sub>3</sub>), silicato de cálcio (Ca<sub>3</sub>SiO<sub>5</sub>) e periclásio (MgO) foram encontrados em ambas as amostras. Não foi observada a presença da fase sulfato de cálcio e potássio (K<sub>2</sub>Ca<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>) na amostra de cimento de Portland. Fase amorfa foi observada em ambas as amostras. **Conclusão** – Os elementos identificados mostraram semelhança química entre o MTA-Angelus® e o cimento de Portland.

**Descritores:** Materiais restauradores do canal radicular; Difração de raios X; Endodontia

## Abstract

**Objective** – MTA has been used in root perforation and retrograde obturation, due to excellent sealing properties and biocompatibility. However, it is expensive. This way, the purpose of this study was to compare qualitatively the chemical elements in the MTA-Angelus® (Mineral Trioxide Aggregate) and Portland cement. **Methods** – One hundred grams of MTA and Portland cement were analyzed by x-ray diffraction setting at 3-65° and continuous scans for the (2θ) were run a speed of 0.05°/seconds. The diffractograms were obtained by Eva-msc Application Software and chemical elements were identify using Joint Committee on Powder Diffractin Standard identification. **Results** – Calcite, calcium silicate and periclase were found in the both samples. It was not found potassium sulfate and calcium sulfate in the Portland cement. Amorphous phase was found in both samples. **Conclusion** – The identified elements showed similar chemical between MTA-Angelus® and Portland cement.

**Descriptors:** Root canal filling materials; X-ray diffraction; Endodontics

## Introdução

Os cimentos reparadores são comumente utilizados com o objetivo de promover o selamento marginal e biológico de perfurações radiculares, assim várias soluções terapêuticas vêm se firmando nos últimos anos. Estudos com amálgama, cavit, ionômero de vidro, óxido de zinco e eugenol e hidróxido de cálcio buscavam o melhor material que permitisse um selamento ideal<sup>1-2</sup>.

No entanto o Mineral Trióxido Agregado (MTA) tem sido proposto na prática atual, o qual tem mostrado menores infiltrações quando comparado ao amálgama, IRM® e ao cimento Super-EBA®<sup>3-4</sup>, sendo assim considerado um efetivo material retro-obturador<sup>5-6</sup>.

O cimento MTA permite o processo reparativo em diversas situações, induzindo à deposição de tecido mineralizado semelhante à ação do hidróxido de cálcio<sup>7</sup>. Em casos de rizogênese incompleta induz o fechamento apical<sup>8</sup>, nas perfurações radiculares permite reparação biológica sem promover a instalação de uma resposta inflamatória<sup>9</sup>, e como protetor pulpar resulta em neoformação de tecido mineralizado e manutenção do tecido conjuntivo pulpar subjacente<sup>10</sup>. Em relação ao efeito antibacteriano, a liberação de íons cálcio e hidroxila resultam na formação de hidróxido de cálcio, elevando o pH do meio em torno de 12,5 em 3 horas após sua colocação<sup>11</sup>.

Dentre as diversas marcas comerciais de MTA disponíveis no mundo, o MTA-Angelus® parece ser o mais comumente encontrado no Brasil, porém, devido seu custo elevado, vários trabalhos vem sendo desenvolvidos com o objetivo de estabelecer um material de tal qualidade com preço mais acessível<sup>12</sup>.

Em contrapartida, o cimento de Portland utilizado em construção civil é uma combinação química de cálcio, sílica, ferro e alumínio, que passa por complexos processos industriais, com o resultado de uma substância ligante de baixo custo.

Em relação à comparação do MTA e do cimento de Portland, ambos apresentam a mesma capacidade de selamento periférico, obtendo respostas semelhantes quando utilizados em perfurações radiculares<sup>13-14</sup>.

A avaliação histopatológica do complexo dentino-pulpar de dentes de cães com a utilização do cimento Portland após pulpectomia mostrou neoformação de tecido mineralizado e manutenção da vitalidade do tecido conjuntivo pulpar subjacente com resultados semelhantes ao MTA<sup>15</sup>. Além disso, como já reportado, o cimento Portland pode apresentar ausência de inflamação dos respectivos tecidos tratados<sup>12</sup>.

Embora estudos afirmem que o MTA é um material inerte e sem efeitos citotóxicos e genotóxicos<sup>2</sup>, já foi observado que pode inibir a viabilidade celular nas primeiras 24 horas<sup>16</sup>, e produzir citotoxicidade sobre fibroblastos<sup>17</sup>.

Desta maneira, uma vez conhecida a real semelhança entre os elementos químicos destes cimentos, será possível conhecer seu nível toxicológico, uma vez que a produção industrial do cimento de Portland parece não ter condições salubres suficientes para a aplicabilidade clínica do material.

O objetivo do presente estudo foi comparar qualitativamente a composição química do cimento de Portland e do MTA-Angelus® pela análise da difração de raios X.

## Métodos

Para a realização deste trabalho foram utilizadas amostras de MTA (Angelus, Londrina, Brasil) e cimento de Portland (Votorantim, São Paulo, Brasil) adquiridas em lojas de artigos dentários e de materiais de construção, respectivamente. Foram pesadas 100 gramas de ambos os cimentos através de uma balança de precisão (Sartorius AG, Goettingen, Alemanha) e as amostras analisadas no Departamento de Mineralogia e Geotectônica do Instituto de Geociências da Universidade de São Paulo por difratometria de raios X através de difratômetro (Siemens D-5000, Karlsruhe, Deutschland).

As amostras foram colocadas no suporte plano do aparelho, sendo espalhada e comprimida contra a plataforma com auxílio de uma espátula flexível (Intrafil, SSWhite, São Paulo, Brasil), e assim submetidas separadamente à radiação cobre K-alfa com comprimento de onda 1,5418 Å e passo de 0,05° (2θ), tempo de contagem de 1s com leitura de intervalo (2θ) entre os ângulos 3 e 65°. A leitura foi realizada em amostras na forma de pó.

As análises das difratometrias foram interpretadas com o programa Eva-msc Application versão 2.2 (Bruker AXS GmbH, Karlsruhe, BE-BW, Alemanha), no qual gerou um difratograma (gráfico) que utilizando-se de fichas de identificação *Joint Commitee on Powder Diffractin Standard* (JCPDS) identificou os elementos químicos das amostras. Tais fichas se tratam de uma série de referências padronizadas de identificação para cada elemento químico, que ao se compararem as características da amostra e os elementos contidos nas fichas da JCPDS é possível a identificação.

## Resultados

Através da análise foi possível observar que a amostra de MTA-Angelus® apresentou como fases majoritárias o silicato de cálcio (Ca<sub>3</sub>SiO<sub>5</sub>), o mineral lamita (Ca<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub>) e o aluminato de cálcio (Ca<sub>3</sub>Al<sub>2</sub>O<sub>6</sub>) (Figura 1).

Como fases secundárias foram identificados os minerais calcita (CaCO<sub>3</sub>), periclásio (MgO) e o sulfato de cálcio e potássio (K<sub>2</sub>Ca<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>). As demais fases cristalinas presentes em menor porcentagem na amostra como a spurrita (Ca<sub>5</sub>(SiO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>) e dolomita (CaMg(CO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>), não puderam ser identificadas com maior precisão nas associações dos minerais devido à sobreposição dos picos de difração e presença de fase amorfa (picos não identificados).

A amostra do cimento Portland apresentou como fases majoritárias o silicato de cálcio (Ca<sub>3</sub>SiO<sub>5</sub>) e a calcita (CaCO<sub>3</sub>) (Figura 2). Como fases secundárias foram encontradas as associações de minerais periclásio (MgO), quartzo (SiO<sub>2</sub>) e gipsita (CaSO<sub>4</sub>·2H<sub>2</sub>O). A gismondina (Ca[Al<sub>2</sub>Si<sub>2</sub>O<sub>8</sub>].4H<sub>2</sub>O) não pôde ser identificada com maior precisão por estar presente em menor quantidade apresentando picos de difração na região da fase amorfa.

Os minerais calcita (CaCO<sub>3</sub>), silicato de cálcio (Ca<sub>3</sub>SiO<sub>5</sub>) e periclásio (MgO) foram encontrados em ambas as amostras. Não foi

observada a presença da fase sulfato de cálcio e potássio (K<sub>2</sub>Ca<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>) na amostra do cimento de Portland, no qual, qualitativamente, apresentou maior porcentagem de fase amorfa do que a amostra de MTA.

## Discussão

A difração de raios X tem por finalidade detectar em forma qualitativa os componentes químicos contidos em uma determinada amostra, e tem sido utilizado em diversos estudos com esta finalidade<sup>18-22</sup>. Assim este método foi escolhido para análise deste estudo, permitindo a observação da semelhança de composição química do MTA-Angelus® e cimento de Portland.

A difração é uma diferença de fase entre as ondas eletromagnéticas, as quais são causadas por interferências. Para observar uma interferência em ondas de luz visível é preciso passar dois ou mais feixes através de fendas bem próximas umas das outras, para que a interferência apareça. Neste sentido a distância entre essas fendas não pode ser muito maior que o comprimento de onda da luz. Visto que os cristais possuem planos bem regulares e bem próximos uns dos outros, permitem a possível difração de um feixe de raios X. Ao incidir um feixe de raios X em um cristal, o mesmo interage com os átomos presentes, originando o fenômeno de difração. A difração de raios X ocorre segundo a Lei de Bragg ( $n\lambda = 2d \sin\theta$ ), onde n representa número inteiro, λ comprimento de onda dos raios x incidentes, d distância interplanar, sen θ ângulo de difração; a qual estabelece a relação entre o ângulo de difração e a distância entre os planos que a originaram (característicos para cada fase cristalina).

Desta forma, sempre que a diferença de fase entre duas ondas for zero, seus comprimentos se interferem construtivamente e suas amplitudes se somam. Mas se a diferença de fase for de meio comprimento de onda, elas interferem destrutivamente e suas amplitudes se subtraem (os raios se anularão). Portanto, a difração acontece quando se tem uma interferência construtiva.

A maioria dos compostos cristalinos apresenta um pouco de fase amorfa, isso significa que não houve tempo de cristalizar os átomos ou moléculas em arranjos ordenados no espaço (estes arranjos são interpretados como picos característicos para cada composto), então uma parte fica com as moléculas ou átomos sem entrar nestes arranjos por isso o sinal na difração é tipo uma montanha ou um ruído mais forte expressados no difratograma.

Os resultados obtidos neste trabalho não apresentaram a presença de fases cristalinas de minerais ou mineralóides tóxicos que comprometam a sua utilização em Odontologia em nenhuma das amostras. Embora a grande presença de fase amorfa, houve uma grande semelhança qualitativa de elementos químicos entre ambos, fato este que talvez pudesse explicar resultados clínicos semelhantes em ensaios realizado em cães<sup>12-13</sup>.

Os resultados estão de acordo com estudos que afirmam ter encontrado a presença de silício, cálcio, potássio, magnésio e alumínio<sup>19</sup>, no entanto não foi encontrado bismuto como radiopacifica-

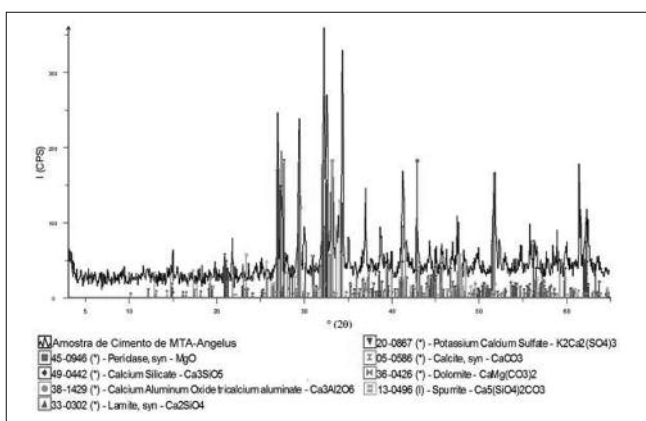


Figura 1. Difratograma de raios X da amostra de MTA na forma de pó como recebida. Leitura de intervalo (2θ) entre os ângulos 3 e 65°

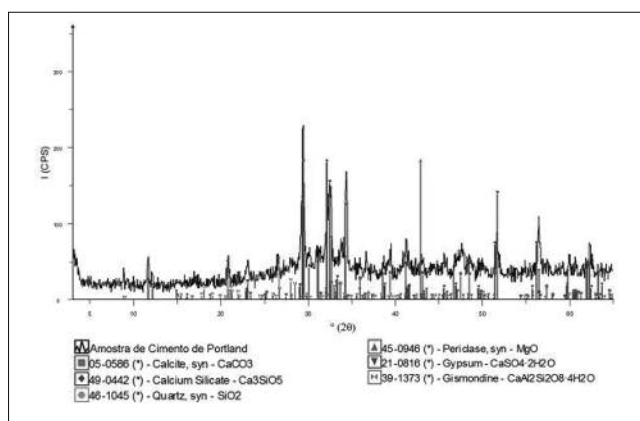


Figura 2. Difratograma de raios X da amostra de cimento de Portland na forma de pó como recebida. Leitura de intervalo (2θ) entre os ângulos 3 e 65°

dor do MTA citado na literatura<sup>18,21-23</sup>. Estas diferenças de resultados podem ser explicadas pelas marcas comerciais que diferem entre si em sua composição<sup>11</sup>, pois embora os produtos possam ter composições semelhantes, não são totalmente iguais, podendo encontrar diferentes proporções químicas dos componentes<sup>20,22,24</sup>. A presença de fase amorfa pode também ter contribuído a estes resultados, já que nessas amostras de cimentos houve picos (em função dos arranjos ordenados dos cristais) e ruídos (em função da fase amorfa). Quando muitos picos ficam na região da fase amorfa não é possível vê-los, pois ficam encobertos, dificultando assim as identificações.

É importante salientar que a presença de um radiopacificador é de grande importância e também um dos fatores que não permite a utilização do cimento de Portland na clínica diária, já que é uma norma exigida pela *American Dental Association* (ADA). Assim, materiais de preenchimento devem ter uma radiopacidade referente a de, no mínimo, 3 mm de alumínio.

Embora ambas as amostras apresentem muitos elementos químicos em comum, os compostos formam diferentes minerais, por esta razão os componentes são muito próximos, porém a estrutura química se difere, tornando as amostras muito parecidas sob o ponto de vista molecular, todavia diferente nos elementos formados, que está de acordo com trabalhos que também afirmam ter encontrado produtos semelhantes, mas não iguais<sup>25</sup>.

Outro ponto importante a ser destacado é acerca da presença de arsênio, que é considerada uma substância tóxica que se deposita em órgãos como pulmão, fígado e rins através de corrente circulatória. A presente análise não encontrou presença de arsênio nas amostras analisadas. Os poucos estudos que encontram a presença desta substância nos cimentos de Portland e MTA afirmam que a quantidade é muito baixa, que o torna insignificante sob o aspecto toxicológico<sup>26-27</sup>.

Embora a difração de raios X possua um intervalo de confiança de 97 a 99%, não se podem classificar os cimentos em "totalmente iguais ou diferentes", visto que a difração foi feita em uma pequena amostra de cimento, como consequência a análise pode não ter sido completa, pois algum elemento químico poderia não estar presente na pequena amostra, em contrapartida também não seria possível a análise do mesmo material em grande quantidade.

Contudo, uma análise quantitativa seria indicada para complementação deste estudo a fim de se afirmar com maiores certezas a semelhança ou não entre os materiais, uma vez que determinados elementos químicos também podem se tornar tóxicos devido ao aumento de sua quantidade na composição do cimento.

## Conclusão

Diante dos elementos identificados neste estudo, pode-se concluir que qualitativamente o cimento de Portland e o MTA são muito semelhantes entre si quanto aos seus elementos químicos.

## Referências

1. Hashem AAR, Hassanien EE. ProRoot MTA, MTA-Angelus and IRM used to repair large furcation perforations: sealability study. *J Endod.* 2008;34(1):59-61.
2. Torabinejad M, Parirokh M. Mineral trioxide aggregate: a comprehensive literature review – Part II: Leakage and biocompatibility investigations. *J Endod.* 2010;36(2):190-202.
3. Torabinejad M, Smith PW, Kettering JD, Pitt Ford TR. Comparative investigation of marginal adaptation of mineral trioxide aggregate and other commonly used root-end filling materials. *J Endod.* 1995;21(6):295-9.
4. Nakata TT, Bae KS, Baumgartner JC. Perforation repair comparing mineral trioxide aggregate and amalgam using an anaerobic bacterial leakage model. *J Endod.* 1998;24(3):184-6.
5. Torabinejad M, Rastegar AF, Kettering JD, Pitt Ford TR. Bacterial leakage of mineral trioxide aggregate as a root-end filling material. *J Endod.* 1995;21(3):109-12.
6. Pitt Ford TR, Torabinejad M, McKendry DJ, Hong CU, Kariyawasam SP. Use of mineral trioxide aggregate for repair of furcal perforations. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol.* 1995;79(6):756-63.
7. Holland R, Souza V, Nery MJ, Otoboni Filho JA, Bernabé PFE, Dezan Jr E. Reaction of rat connective tissue to implanted dentin tubes filled with mineral trioxide aggregate or calcium hydroxide. *J Endod.* 1999;25(3):161-6.
8. Torabinejad M, Chivian N. Clinical applications of mineral trioxide aggregate. *J Endod.* 1999;25(3):197-205.
9. Torabinejad M, Pitt Ford TR, McKendry DJ, Abedi HR, Miller DA, Kariyawasam SP. Histologic assessment of mineral trioxide aggregate as a root-end filling in monkeys. *J Endod.* 1997;23(4):225-8.
10. Tuna D, Ölmez A. Clinical long-term evaluation of MTA as a direct pulp capping material in primary teeth. *Int Endod J.* 2008;41:273-8.
11. Parirokh M, Torabinejad M. Mineral trioxide aggregate: a comprehensive literature review – Part I: Chemical, physical, and antibacterial properties. *J Endod.* 2010;36(1):16-27.
12. Holland R, Souza V, Murata SS, Nery MJ, Bernabé PFE, Otoboni Filho JA *et al.* Healing process of dog dental pulp after pulpotomy and pulp covering with mineral trioxide aggregate or Portland cement. *Braz Dent J.* 2001;12(2):109-13.
13. Juárez Broon N, Bramante CM, Assis GF, Bortoluzzi EA, Bernardineli N, Moraes IG *et al.* Healing of root perforations treated with mineral trioxide aggregate (MTA) and Portland cement. *J Appl Oral Sci.* 2006;14(5):305-11.
14. De-Deus G, Reis C, Brandão C, Fidel S, Fidel RAS. The ability of Portland cement, MTA, and MTA Bio to prevent through-and-through fluid movement in repaired furcal perforations. *J Endod.* 2007;33(11):1374-7.
15. Silva RMD. Avaliação microscópica da resposta do complexo dentino-pulpar de dentes de cães ao agregado de trióxido mineral: cimento Portland e cimento Portland branco após pulpotomia [tese de doutorado]. Bauru: Faculdade de Odontologia de Bauru da Universidade de São Paulo; 2003.
16. De-Deus G, Ximenes R, Gurgel-Filho ED, Plotkowski MC, Coutinho-Filho MT. Cytotoxicity of MTA and Portland cement on human ECV 304 endothelial cells. *Int Endod J.* 2005;38:604-9.
17. Souza NJA, Justo GZ, Oliveira CR, Haun M, Bincoletto C. Cytotoxicity of materials used in perforation repair tested using the V79 fibroblast cell line and the granulocyte-macrophage progenitor cells. *Int Endod J.* 2006;39:40-7.
18. Camilleri J, Montesin FE, Brady K, Sweeney R, Curtis RV, Pitt Ford TR. The constitution of mineral trioxide aggregate. *Dent Mater.* 2005;21:297-303.
19. Islam I, Chng HK, Yap AU. X-ray diffraction analysis of mineral trioxide aggregate and Portland cement. *Int Endod J.* 2006;39:220-5.
20. Song JS, Mante FK, Romanow WJ, Kim S. Chemical analysis of powder and set forms of Portland cement, gray ProRoot MTA, white ProRoot MTA, and gray MTA-Angelus. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod.* 2006;102:809-15.
21. Belío-Reyes IA, Bucio L, Cruz-Chavez E. Phase composition of ProRoot mineral trioxide aggregate by x-ray powder diffraction. *J Endod.* 2009;35(6):875-8.
22. Park J-W, Hong S-H, Kim J-H, Lee S-J, Shin S-J. X-ray diffraction analysis of White ProRoot MTA and Diadent Bio Aggregate. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod.* 2010;109:155-8.
23. Oliveira MG, Xavier CB, Demarco FF, Pinheiro ALB, Costa AT, Pozza DH. Comparative chemical study of MTA and Portland cements. *Braz Dent J.* 2007;18(1):3-7.
24. Asgary S, Eghbal MJ, Parirokh M, Ghodousi J, Kheirieh S, Brink F. Comparison of mineral trioxide aggregate's composition with Portland cements and a new endodontic cement. *J Endod.* 2009;35(2):243-50.
25. Damaschke T, Gerth HUV, Züchner H, Schäfer E. Chemical and physical surface and bulk material characterization of white ProRoot MTA and two Portland cements. *Dent Mater.* 2005;21:731-8.
26. Duarte MAH, Demarchi ACCO, Yamashita JC, Kuga MC, Fraga SC. Arsenic release provided by MTA and Portland cement. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod.* 2005;99:648-50.
27. De-Deus G, Souza MCB, Fidel RAS, Fidel SR, Campos RC, Luna AS. Negligible expression of arsenic in some commercially available brands of Portland cement and mineral trioxide aggregate. *J Endod.* 2009;35(6):887-90.

### Endereço para correspondência:

Cleber K. Nabeshima  
Av. Amador Bueno da Veiga, 1340  
São Paulo-SP, CEP 03636-100  
Brasil

E-mail: cleberkn@hotmail.com

Recebido em 11 de janeiro de 2011

Aceito em 2 de março de 2011