

# PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS E ESTRUTURAIS DE DOIS CIMENTOS DE REPARAÇÃO À BASE DE SILICATO DE CÁLCIO: CIMMO HP E HD

**Palavras-Chave:** SILICATO DE CÁLCIO, CIMENTO ENDODÔNTICO, REPARO

**Autores(as):**

**EWELLY PEREIRA ANSELMO, FOP – UNICAMP**

**GABRIELE CARLOS DE LASARI, FOP – UNICAMP**

**GIULIA SILVA CORDEIRO, FOP – UNICAMP**

**HELLEN CAROLLINY DE SOUZA NICOLAU, FOP – UNICAMP**

**Msc. THIAGO BESSA MARCONATO ANTUNES, FOP – UNICAMP**

**Prof<sup>(a)</sup>. Dr<sup>(a)</sup>. MARINA ANGÉLICA MARCIANO DA SILVA (orientadora), FOP – UNICAMP**

---

## INTRODUÇÃO:

Cimentos à base de silicato de cálcio consistem em biomateriais desenvolvidos a partir do cimento Portland, e são amplamente utilizados em procedimentos endodônticos, como selamento de perfurações, capeamento pulpar e obturações retrógradas. Esses materiais se destacam por suas propriedades biológicas, incluindo indução de formação de tecido mineralizado, aumento do pH, efeitos antimicrobianos e biocompatibilidade. O Biodentine, em especial, apresenta vantagens como menor tempo de presa, maior resistência à compressão e capacidade de estimular a diferenciação odontoblástica.

Recentemente, os cimentos CIMMO HP e CIMMO HD foram introduzidos no mercado nacional e têm sido valorizados por seu custo-benefício e ampla indicação clínica. Estudos iniciais sugerem que ambos os materiais apresentam boa biocompatibilidade e potencial de mineralização em diferentes tipos celulares. No entanto, ainda não existem dados na literatura sobre suas propriedades físico-químicas e composição química. Diante disso, este estudo teve como objetivo investigar o tempo de presa, radiopacidade, solubilidade, pH e a caracterização química dos cimentos CIMMO HP e HD, em comparação aos cimentos Biodentine e Portland.

## METODOLOGIA:

Para o desenvolvimento do estudo, foram utilizados os cimentos CIMMO HP e HD, Biodentine e Portland I/II, com suas respectivas composições descritas na figura 1. A manipulação de cada material foi realizada segundo as instruções do fabricante. O CIMMO HP foi manipulado em duas etapas para

alcançar diferentes consistências. O Biodentine foi agitado em amalgamador e os cimentos Portland foram misturados com água destilada, sendo o Portland II aditivado com 30% de óxido de zircônio.

Grupo Experimental 1 - <b>CIMMO HD (CIMMO)</b> "High Density"	<b>Pó:</b> óxido de cálcio, magnésio, sódio, potássio e alumínio; carbonato de cálcio; <b>silicato dicálcico</b> e pozolana.	<b>Líquido:</b> água destilada.
Grupo Experimental 2 - <b>CIMMO HP (CIMMO)</b> "High Plasticity"	<b>Pó:</b> óxido de cálcio, magnésio, sódio, potássio e alumínio; carbonato de cálcio; <b>silicato dicálcico</b> e pozolana.	<b>Líquido:</b> água destilada.
Grupo Controle 1 - <b>Biodentine (Septodont)</b>	<b>Pó:</b> <b>silicato tricálcico</b> , óxido de zircônio, cálcio, de ferro marrom; carbonato de cálcio; pigmento amarelo e pigmento vermelho.	<b>Líquido:</b> solução aquosa de cloreto de cálcio e policarboxilato.
Grupo Controle 2 - <b>Portland (Argos)</b>	<b>Pó:</b> óxido de zircônio, sulfatos de cálcio, <b>silicato de cálcio</b> , ferro, alumínio e calcário.	<b>Líquido:</b> água destilada

Figura 1. Composição dos cimentos CIMMO HD, CIMMO HP, Biodentine e Portland.

O estudo avaliou as propriedades físico-químicas dos cimentos CIMMO HP, CIMMO HD, Biodentine e Portland I/II por meio de diferentes testes padronizados. O **tempo de presa** foi determinado conforme a norma ISO 6876/2012, utilizando uma agulha de Gilmore que era aplicada periodicamente sobre amostras moldadas em aço inox até que não deixasse mais marcas, em ambiente com temperatura e umidade controladas. A **radiopacidade** também seguiu a mesma norma: os espécimes foram preparados em moldes padronizados, nivelados, posicionados sobre placas fosforadas ao lado de uma escala de alumínio e radiografados; a análise da imagem foi feita com o software Image Tool, medindo a equivalência da radiopacidade em milímetros de alumínio. A **solubilidade** foi testada de acordo com o método de Carvalho-Junior (2007), com amostras moldadas em resina por impressão 3D, pesadas antes e após imersão em água deionizada por 30 dias, e desidratadas a vácuo para avaliar a perda de massa. O **pH** foi monitorado nos dias 1, 7, 14 e 28 após submersão dos materiais em água deionizada, usando um pHmetro digital calibrado. Para a **caracterização química**, foi realizada a análise de superfície por MEV/EDS para observar a morfologia e os elementos presentes nas amostras, com imagens obtidas em 1000x de aumento. Além disso, análises por **espectroscopia Raman** (com os cimentos frescos) e **FT-IR** (com espectros adquiridos em espectrômetro calibrado), bem como **difração de raios X (XRD)** para identificar as fases cristalinas após 1 e 28 dias, com amostras armazenadas a vácuo em dessecador também foram realizadas. Esses métodos permitiram uma avaliação abrangente das propriedades e da composição química dos materiais testados.



Figura 2. Cimento Portland

#### **Análise Estatística:**

Os dados foram analisados com ANOVA e teste de Tukey ( $p < 0,05$ ), após verificação de normalidade (Shapiro-Wilk) e homogeneidade (Levene), utilizando o software JASP.

## **RESULTADOS E DISCUSSÃO:**

Como resultados, foi obtido que o CIMMO HD apresentou maior tempo de presa em comparação ao CIMMO HP ( $p < 0,05$ ), sendo semelhante ao cimento Portland. O Biodentine não diferiu estatisticamente dos demais, e todos os cimentos mostraram tempos de presa clinicamente aceitáveis.

Em relação à radiopacidade, o CIMMO HP apresentou o maior valor (3,75 mm Al), superando o mínimo exigido pela ISO (3 mm Al). O Portland II, aditivado com óxido de zircônio, também apresentou alta radiopacidade, enquanto o CIMMO HD e o Biodentine mostraram valores intermediários. No teste de solubilidade, o Biodentine apresentou maior solubilidade (15,71%), estatisticamente superior aos demais ( $p < 0,05$ ). Os cimentos CIMMO HD e HP mostraram solubilidade dentro ou levemente acima do limite de 3% estabelecido pela ISO. Quanto ao pH, todos os cimentos apresentaram comportamento alcalino no primeiro dia, com queda nos períodos subsequentes. O CIMMO HD iniciou com pH 9,18, mantendo-se próximo a 8 nos demais períodos, padrão semelhante ao dos demais cimentos, com pequenas variações.

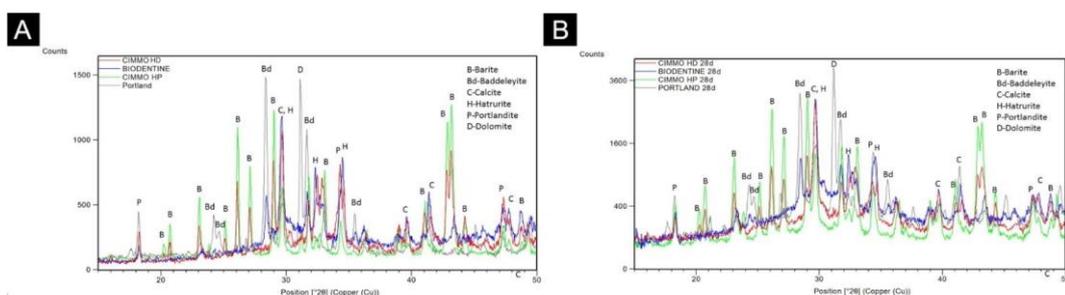
A análise da superfície por MEV/EDS mostrou que o CIMMO HP e o Biodentine apresentaram partículas menores e mais uniformes, enquanto o CIMMO HD e o Portland exibiram partículas maiores. Cálcio, silício, enxofre e bário foram detectados em todos os cimentos, com o CIMMO HD apresentando alta concentração de cálcio e cromo, e o CIMMO HP, maior teor de bário e enxofre. O Biodentine destacou-se por apresentar altos teores de cálcio e cloro, além de zircônio, enquanto o cimento Portland apresentou os maiores níveis de cálcio e silício. Na espectroscopia Raman, todos os cimentos mostraram picos em  $1445 \text{ cm}^{-1}$  (ligação C–O) e em  $1250 \text{ cm}^{-1}$  (ligação Si–O). A ligação Al–O foi observada em todos os cimentos, exceto no Biodentine, que apresentou picos de Ca–Cl e Zr–O. Ligações Fe–O foram detectadas no CIMMO HP e no Portland. Na espectroscopia FT-IR, todos os cimentos apresentaram picos O–H ( $3400 \text{ cm}^{-1}$ ) e H–O–H ( $1646 \text{ cm}^{-1}$ ), além de picos de Si–O e C–OH; a ligação Zr–O foi observada apenas no Biodentine. Na análise por difração de raios X, todos os cimentos apresentaram carbonato de cálcio ( $\text{CaCO}_3$ ), hidróxido de cálcio  $[\text{Ca}(\text{OH})_2]$  e hatrurita ( $\text{Ca}_3\text{SiO}_5$ ) nos dias 1 e 28. Houve redução do teor de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  no CIMMO HD e no Portland após 28 dias. O  $\text{CaCO}_3$  aumentou ao longo do tempo em todos os cimentos, exceto no CIMMO HP. A dolomita foi identificada apenas no CIMMO HP e no Portland, e o óxido de zircônio foi detectado somente no Portland.

**Tabela 1.** Tempo de presa, solubilidade e tamanho de partícula dos cimentos. Letras diferentes na mesma coluna indicam diferença estatística entre os cimentos ( $p < 0,05$ ).

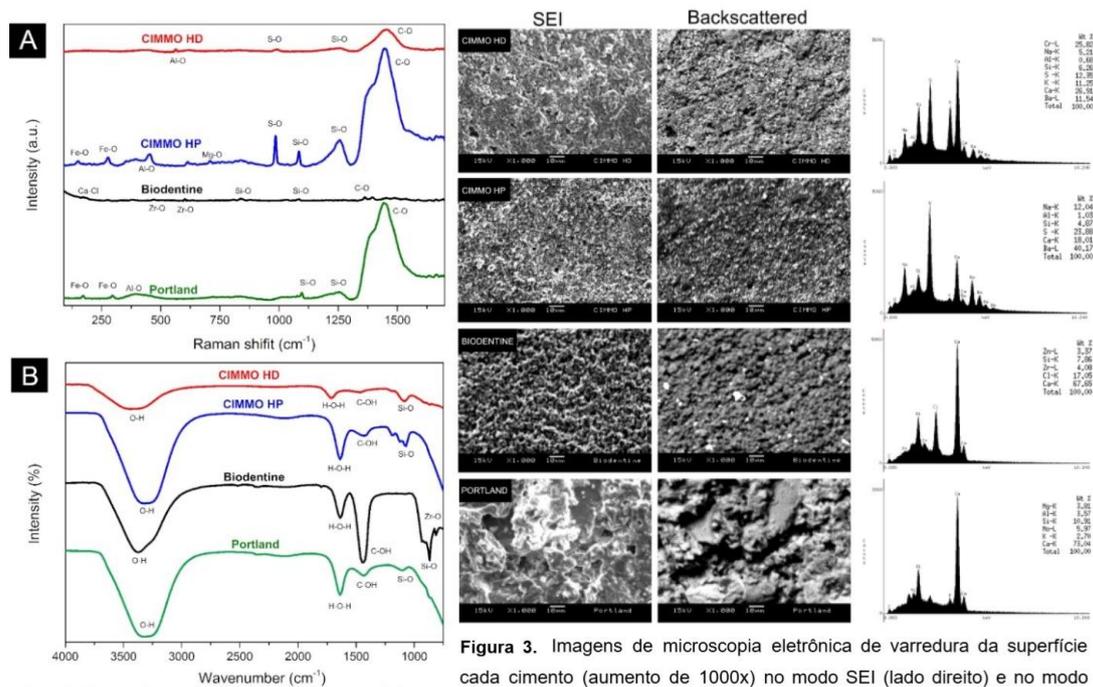
	Tempo de Presa (min)	Radiopacidade (mmAl)	Solubilidade (%)
CIMMO HD	$20,83 \pm 1,6^B$	$2,82 \pm 0,15^B$	$1,03 \pm 1,46^A$
CIMMO HP	$12,33 \pm 2,94^A$	$3,75 \pm 0,17^C$	$3,13 \pm 1,67^A$
Biodentine	$15,5 \pm 4,04^{AB}$	$2,62 \pm 2,17^B$	$15,71 \pm 4,83^B$
Portland I	$19,5 \pm 3,98^B$	$2,05 \pm 0,11^A$	$2,18 \pm 3,09^A$
Portland II	-----	$3,84 \pm 0,16^C$	-----

**Tabela 2.** pH dos cimentos após 1, 7, 14 e 27 dias de manipulação. Letras maiúsculas diferentes indicam diferenças estatísticas entre os cimentos no mesmo período ( $p < 0,05$ ). Letras minúsculas diferentes indicam diferenças estatísticas para o mesmo cimento em diferentes períodos ( $p < 0,05$ ).

Cimentos	1 dia	7 dias	14 dias	21 dias	28 dias
CIMMO HD	$9,18 \pm 0,48_{AB}$	$7,55 \pm 0,12_{AC}$	$8,1 \pm 0,06_{AB}$	$7,9 \pm 0,14_{AB}$	$7,86 \pm 0,18_{AB}$
CIMMO HP	$9,05 \pm 0,71_{AB}$	$8,14 \pm 0,13_{AB}$	$8,13 \pm 0,18_{AB}$	$7,91 \pm 0,12_{AB}$	$7,99 \pm 0,11_{AB}$
Biodentine	$8,08 \pm 0,26_{BA}$	$8,7 \pm 0,46_{BA}$	$8,58 \pm 0,56_{BA}$	$7,99 \pm 0,37_{AB}$	$7,95 \pm 0,31_{AB}$
Portland	$7,85 \pm 0,21_{BA}$	$8,28 \pm 0,1_{BA}$	$8,24 \pm 0,35_{BA}$	$8,01 \pm 0,06_{AB}$	$8,12 \pm 0,4_{BA}$



**Figura 2.** Difratoograma de raios X (XRD) dos cimentos CIMMO HD, CIMMO HP, Biodentine e Portland após um dia de manipulação (A) e após 28 dias



**Figura 1.** Espectros Raman das ligações químicas correspondentes aos elementos químicos presentes nos cimentos CIMMO HD, CIMMO HP, Biodentine e Portland (A). Espectros de FT-IR das ligações químicas correspondentes aos elementos químicos presentes nos cimentos CIMMO HD, CIMMO HP, Biodentine e Portland (B).

**Figura 3.** Imagens de microscopia eletrônica de varredura da superfície de cada cimento (aumento de 1000x) no modo SEI (lado direito) e no modo de elétrons retrospalhados (lado esquerdo). Os picos de EDS de cada elemento químico e suas respectivas porcentagens estão apresentados ao lado de cada imagem.

Este é o primeiro estudo a descrever detalhadamente as propriedades físico-químicas e estruturais dos cimentos CIMMO HP e HD. Ambos demonstraram desempenho comparável ao Biodentine, sendo considerados adequados para aplicação clínica. A bioatividade dos cimentos de silicato de cálcio está associada à liberação de íons cálcio e à formação de compostos como hidróxido de cálcio, essenciais para o reparo tecidual. A presença de carbonato de cálcio, silicatos e sulfato de bário (radiopacificador identificado por EDS e XRD) reforça a composição típica de cimentos hidráulicos. O tempo de presa curto é desejável em condições clínicas, principalmente em presença de umidade. A solubilidade observada no CIMMO HP é próxima do limite permitido, o que reforça a necessidade de controle durante o manuseio clínico. O pH levemente alcalino nos primeiros dias é suficiente para indução da mineralização, ainda que não o bastante para efeito antimicrobiano intenso.

## CONCLUSÕES:

Os cimentos CIMMO HP e HD apresentam características físico-químicas e estruturais adequadas, com tempos de presa curtos, radiopacidade satisfatória, solubilidade dentro de limites aceitáveis e pH alcalino. A presença de compostos bioativos, como hidróxido de cálcio, silicatos e carbonato de cálcio, reforça seu potencial de reparação tecidual. Esses materiais mostram-se promissores para uso clínico em Endodontia, sendo alternativas viáveis ao Biodentine.

## BIBLIOGRAFIA

- BOKAR S, de Noronha de Ataíde I. **Management of a massive resorptive lesion with multiple perforations in a molar: case report.** J Endod. 2015 May;41(5):753-8.
- CAMILLERI J, Sorrentino F, Damidot D. **Investigation of the hydration and bioactivity of radiopacified tricalcium silicate cement, Biodentine and MTA Angelus.** Dent Mater. 2013 May;29(5):580-93.
- CAMPI LB, Rodrigues EM, Torres FFE, Reis JMDSN, Guerreiro-Tanomaru JM, Tanomaru-Filho M. **Physicochemical properties, cytotoxicity and bioactivity of a ready-to-use bioceramic repair material.** Braz Dent J. 2023 Jan-Feb;34(1):29-38.
- CARVALHO-JÚNIOR JR, Correr-Sobrinho L, Correr AB, Sinhoretí MA, Consani S, Sousa- Neto MD. **Solubility and dimensional change after setting of root canal sealers: a proposal for smaller dimensions of test samples.** J Endod. 2007 Sep;33(9):1110-6.
- EID AA, Hussein KA, Niu LN, Li GH, Watanabe I, Al-Shabrawey M, Pashley DH, Tay FR. **Effects of tricalcium silicate cements on osteogenic differentiation of human bone marrow-derived mesenchymal stem cells in vitro.** Acta Biomater. 2014 Jul;10(7):3327- 34.
- GOMES-FILHO JE, Watanabe S, Bernabé PF, de Moraes Costa MT. **A mineral trioxide aggregate sealer stimulated mineralization.** J Endod. 2009 Feb;35(2):256-60.
- GRECH L, Mallia B, Camilleri J. **Investigation of the physical properties of tricalcium silicate cement-based root-end filling materials.** Dent Mater. 2013 Feb;29(2):e20-8.
- LAURENT P, Camps J, About I. **Biodentine(TM) induces TGF-  $\beta$  1 release from human pulp cells and early dental pulp mineralization.** Int Endod J. 2012 May;45(5):439-48.
- LUO Z, Kohli MR, Yu Q, Kim S, Qu T, He WX. **Biodentine induces human dental pulp stem cell differentiation through mitogen-activated protein kinase and calcium- /calmodulin-dependent protein kinase II pathways.** J Endod. 2014 Jul;40(7):937-42.
- MARCIANO MA, Duarte MA, Camilleri J. **Calcium silicate-based sealers: Assessment of physicochemical properties, porosity and hydration.** Dent Mater. 2016 Feb;32(2):e30- 40.
- PEDROSA MDS, Alves T, Nogueira FN, Holzhausen M, Sipert CR. **Cytotoxicity and cytokine production by calcium silicate-based materials on periodontal ligament stem cells.** Braz Dent J. 2021 May-Jun;32(3):65-74.
- PELEPENKO LE, Saavedra F, Antunes TBM, Bombarda GF, Gomes BPFA, Zaia AA, Camilleri J, Marciano MA. **Physicochemical, antimicrobial, and biological properties of White-MTAFlow.** Clin Oral Investig. 2021 Feb;25(2):663-672.
- ZANCAN RF, Vivan RR, Milanda Lopes MR, Weckwerth PH, de Andrade FB, Ponce JB, Duarte MA. **Antimicrobial Activity and Physicochemical Properties of Calcium Hydroxide Pastes Used as Intracanal Medication.** J Endod. 2016 Dec;42(12):1822- 1828.