

# Análise morfológica e química de diferentes tipos de cimentos à base de silicato de cálcio disponíveis no mercado nacional.

**Palavras-Chave:** Biomateriais, Cimentos reparadores, Caracterização

**Autores(as):**

**Lucas da Silva Ponce, FOP-UNICAMP**

**Me. Jennifer Santos Pereira (coorientadora), FOP-UNICAMP**

**Dr<sup>a</sup>. Ana Cristina Padilha Janini, FOP-UNICAMP**

**Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Marina Angélica Marciano da Silva (orientadora), FOP-UNICAMP**

---

## INTRODUÇÃO:

Biomateriais são substâncias, naturais ou artificiais, empregadas para interagir com sistemas biológicos, sendo cuidadosamente projetados para serem compatíveis com tecidos vivos <sup>1</sup>. Dentre os materiais, o Agregado Trióxido Mineral (MTA) se destaca como o mais extensivamente estudado <sup>2,3</sup>, apresentando como composição cimento Portland: tricalcium silicate, dicalcium silicate, tricalcium aluminate e calcium sulphate hemihydrate; com proporções de 4:1 de óxido de bismuto adicionado como radiopacificador <sup>4</sup>, uma vez que, os biomateriais preferencialmente precisam estar visíveis nas radiografias de acompanhamento <sup>5</sup>.

Este material pode ser aplicado com êxito em procedimentos cirúrgicos que envolvem complicações anatômicas ou procedurais de difícil resolução por meio de abordagem ortógrada, especialmente na criação de uma barreira apical <sup>6-8</sup>; no selamento de perfurações radiculares iatrogênicas <sup>9-11</sup>; no tratamento de defeitos de reabsorção <sup>12,13</sup>; revascularização/regeneração <sup>14,15</sup> e na apicificação <sup>16</sup>.

Estudos recentes destacam também as inovações em formulações que melhoram a manipulação, bioatividade, biocompatibilidade e resistência dos materiais <sup>17-20</sup>. No entanto, há uma carência de estudos que comparem os cimentos nacionais disponíveis no mercado brasileiro quanto suas propriedades físicas e químicas, e isso é particularmente evidente no caso do Cimmo PSD, para o qual os dados disponíveis são escassos. Assim, este estudo busca avaliar e comparar as propriedades físico-químicas dos cimentos reparadores nacionais Bio-C Repair, Biodentine, Cimmo HD, MTA Branco e MTA HP, com ênfase na análise morfológica e composição elementar, estrutural e molecular.

## METODOLOGIA:

Foram analisados cinco cimentos reparadores em pó disponíveis no mercado nacional: Bio-C Repair, Biodentine, Cimmo HD, MTA HP e MTA Branco. As amostras, nas formas hidratada e não hidratada, foram submetidas à caracterização físico-química por diferentes técnicas.

A caracterização química estrutural foi conduzida por Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR), enquanto a análise espectroscópica complementar foi realizada por Espectroscopia Raman. A avaliação morfológica e a identificação elementar foram feitas por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) acoplada à Espectroscopia por Dispersão de Energia (EDS). Por fim, a composição química detalhada foi determinada por Fluorescência de Raios X (XRF). Com exceção da espectroscopia Raman, todas as análises foram realizadas em parceria com o Instituto de Investigações de Materiais da Universidad Nacional Autónoma de México (UNAM), durante estágio de investigação supervisionado pela Dra. Lourdes Bazán Díaz, com a coorientadora Me. Jennifer Santos Pereira.

A técnica FTIR (Nicolet 6000, Thermo Scientific) foi aplicada aos pós não hidratados, utilizando transmitância normal entre 4000 e 400  $\text{cm}^{-1}$ , sendo os resultados apresentados na figura 1 (gráfico 1). A espectroscopia Raman foi conduzida com espectrômetro customizado, equipado com laser de 785 nm (20 mW), monocromador de 500 mm e detector CCD. Os espectros, obtidos entre 100 e 1200  $\text{cm}^{-1}$ , foram processados por algoritmo de correção de linha de base para minimizar o fundo de fluorescência, a qual está demonstrada na figura 1 (gráfico 2).

No MEV (JEOL JSM T330A), as amostras foram fixadas em fita de carbono e analisadas em 1000x de aumento, com exceção do cimento Bio-C Repair que foi avaliado em 1500x e EDS foi aplicado em três pontos por amostra para identificar os

elementos químicos, como demonstrado na figura 2. A análise por XRD (Rigaku, Japão) foi realizada com radiação Cu K $\alpha$ , entre 15° e 45° (2 $\theta$ ), utilizando o método de Bragg-Brentano. As fases cristalinas foram identificadas com auxílio do banco de dados ICDD, a qual está demonstrada na figura 3.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO:

Três técnicas analíticas foram empregadas para a caracterização físico-química dos cimentos: espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier (FTIR), espectroscopia Raman, microscopia eletrônica de varredura (MEV) com espectroscopia por dispersão de energia (EDS), difração de raios X (XRD). Essas abordagens complementares permitiram uma avaliação abrangente da morfologia, composição química e estrutura cristalina dos materiais, fornecendo subsídios para uma análise crítica de suas possíveis implicações clínicas.

Na análise por FTIR, todos os cimentos mostraram uma banda larga entre 3600–3200 cm<sup>-1</sup>, atribuída a grupos hidroxila, indicando a presença de água estrutural ou de hidratação. As bandas específicas associadas aos aditivos também corroboraram os achados do EDS, com destaque para o Zr–O<sub>2</sub> no Bio-C Repair e Biodentine, Ba–O no Cimmo HD e W–O<sub>4</sub> nos MTAs White e HP. Isso reforça que a composição química afeta diretamente as bandas vibracionais dos materiais, o que pode refletir diferenças na interação dos cimentos com fluidos corporais e conseqüentemente em sua bioatividade<sup>23,24,25</sup>.

A espectroscopia Raman reforçou essas observações. Os MTAs demonstraram picos intensos e bem resolvidos, característicos de estruturas ordenadas à base de cálcio e silicatos. Em contraste, os espectros obtidos para Bio-C Repair, Biodentine e Cimmo HD foram mais difusos e com menor definição, sugerindo menor grau de organização estrutural ou presença de componentes amorfos. Essa menor cristalinidade pode influenciar aspectos como solubilidade, liberação de íons e interação com os tecidos periapicais, especialmente em ambientes clínicos desafiadores<sup>23</sup>.

As micrografias obtidas por MEV revelaram que todos os cimentos apresentaram estrutura granular típica, embora com variações importantes entre si. O Bio-C Repair apresentou partículas esféricas bem distribuídas e com aparência homogênea, sugerindo um processo de fabricação controlado, o que pode favorecer uma hidratação mais uniforme<sup>23</sup>. Por outro lado, o Cimmo HD mostrou uma superfície mais heterogênea, com partículas de tamanhos e formas variadas, o que pode impactar negativamente na reatividade do material e na consistência de suas propriedades mecânicas. Os cimentos MTA HP e MTA Branco, por sua vez, apresentaram grânulos de diferentes tamanhos, compatíveis com uma formulação rica em fases cristalinas, o que pode estar relacionado a maior estabilidade dimensional e resistência à degradação<sup>24</sup>.

A análise por EDS confirmou a presença predominante de cálcio e oxigênio, elementos esperados em materiais à base de silicato de cálcio. No entanto, os elementos radiopacificadores variaram de forma marcante entre os produtos. O Biodentine apresentou zircônio<sup>23,24</sup>, o Cimmo HD revelou bário e cobre, enquanto os MTAs incluíram tungstênio, além de bismuto e estrôncio no MTA Branco<sup>24</sup>. Tais diferenças não são meramente composicionais: elas têm implicações clínicas diretas. Por exemplo, a presença de bismuto é historicamente associada ao risco de descoloração dentária, enquanto o tungstênio pode oferecer maior estabilidade radiográfica ao longo do tempo. A diversidade de radiopacificadores sugere que cada produto foi formulado com diferentes prioridades, como radiopacidade, biocompatibilidade ou estética.

A análise por difração de raios X revelou diferenças significativas na cristalinidade dos materiais. Todos apresentaram fases típicas dos silicatos de cálcio, como hatrurita (Ca<sub>3</sub>(SiO<sub>4</sub>)O) e alita (Ca<sub>3</sub>SiO<sub>5</sub>), porém o grau de organização estrutural variou. O Biodentine se destacou pela complexidade mineralógica, com fases adicionais como zircônia, calcita e óxido de silício, sugerindo uma formulação multifásica que pode influenciar seu comportamento mecânico e biológico<sup>25</sup>. O Cimmo HD apresentou barita (BaSO<sub>4</sub>) e silicato de cálcio sódico, indicando uma composição diferenciada com potencial impacto no tempo de presa e na resposta biológica. Os cimentos MTA HP e MTA Branco, por outro lado, exibiram picos nítidos e bem definidos, com presença consistente de óxidos de tungstênio, sugerindo maior grau de cristalinidade, o que tende a se correlacionar com maior estabilidade dimensional e resistência à dissolução<sup>24,25</sup>. A análise por fluorescência de raios X (XRF) do Bio-C Repair identificou a presença de Hatrurita (Ca<sub>3</sub>(SiO<sub>4</sub>)O), fase rica em cálcio e silício associada à liberação de íons e à bioatividade do material. Também foi detectado Silicato de Estrôncio e Magnésio (Sr<sub>2</sub>Mg(Si<sub>2</sub>O<sub>7</sub>)), sugerindo a incorporação de elementos com potencial terapêutico. O estrôncio pode contribuir para a resposta celular e a formação de tecido mineralizado, reforçando o caráter bioativo do cimento<sup>26</sup>.

De forma geral, os resultados indicam que os cimentos estudados apresentam diferenças relevantes em sua composição e estrutura, que podem impactar diretamente sua performance clínica. Cimentos com maior grau de cristalinidade, como o MTA HP e o MTA Branco, tendem a apresentar comportamento mais previsível, especialmente em termos de estabilidade química, tempo de presa e biocompatibilidade. No entanto, os demais materiais também demonstraram potencial promissor, desde que sua indicação seja pautada em critérios clínicos bem estabelecidos e considerando suas propriedades específicas, como tempo de presa acelerado (no caso do Biodentine) ou custo-benefício (como o Cimmo HD). Assim, a escolha do cimento ideal deve considerar não apenas as características físico-químicas, mas também o contexto clínico de aplicação e a resposta biológica esperada.

Gráfico 1

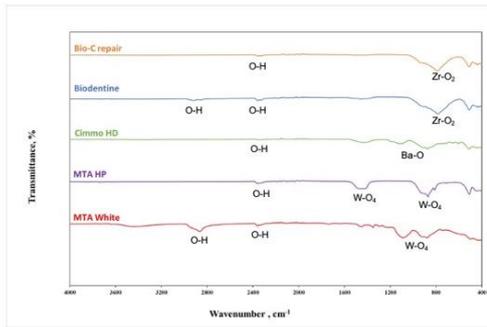
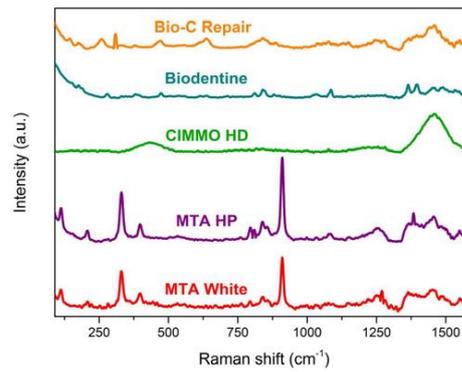
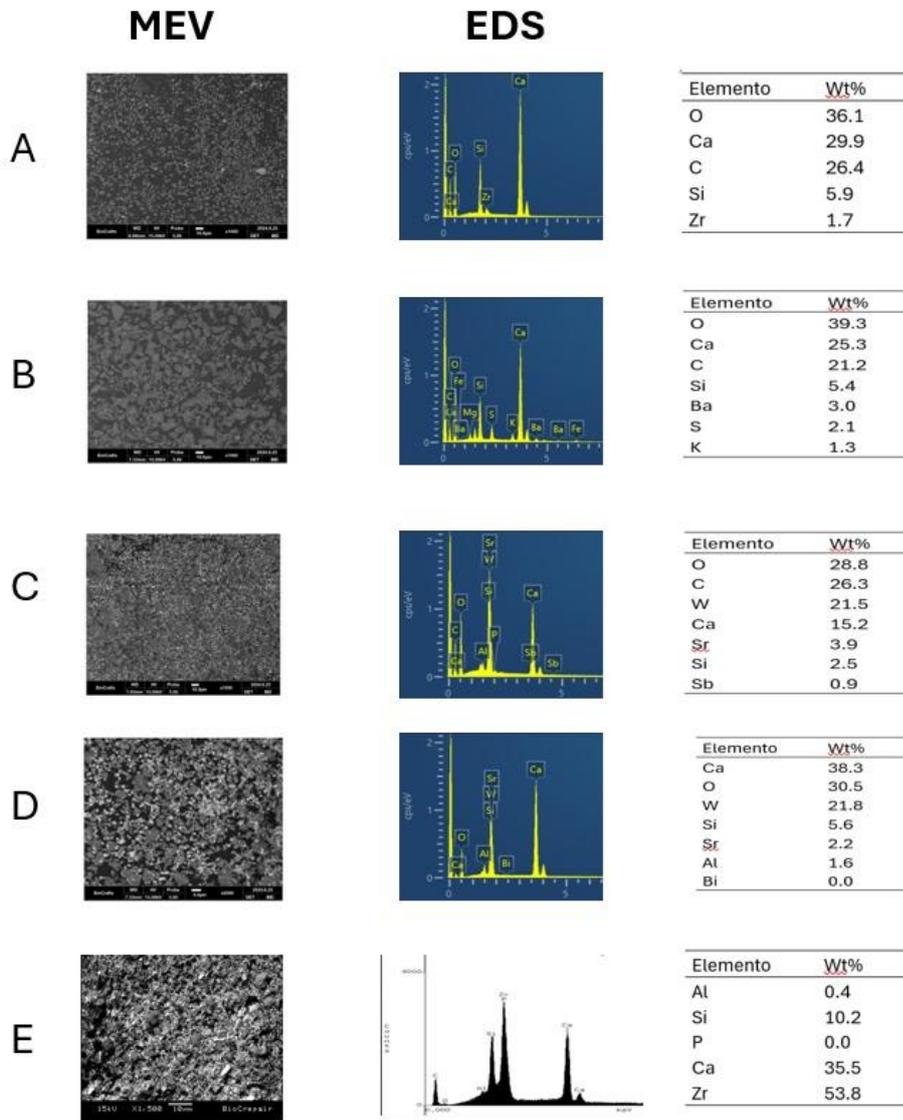


Gráfico 2

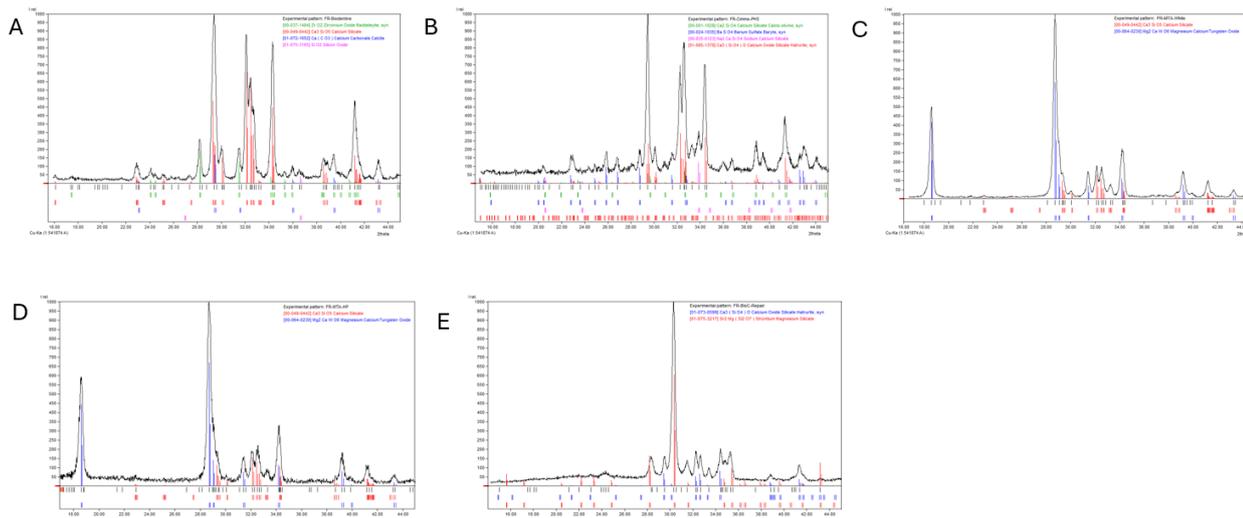


**Figure 1:** Ilustração no gráfico 1 da espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) de cimentos reparadores não hidratados. Todos os cimentos apresentaram uma banda de absorção de água O-H a  $2400\text{ cm}^{-1}$ . Todos os cimentos: Bio C Repair, Biodentine, Cimmo, MTA HP e MTA White são à base de silicato de cálcio e foram observados picos de fosfato e carbonatos, além de aditivos zircônia, bário e tungstênio. E no gráfico 2, os espectros mostram a intensidade de dispersão Raman (eixo Y) em função do deslocamento Raman (eixo X,  $\text{cm}^{-1}$ ) para cada material. Os picos bem definidos em MTA HP e MTA White indicam estruturas cristalinas ricas em cálcio e silicatos, características desses materiais. Em contrapartida, Bio-C Repair, Biodentine e CIMMO HD apresentam espectros menos definidos, sugerindo diferenças na composição química e organização estrutural.



**Figura 2:** Imagens de microscopia eletrônica de varredura (MEV) dos cimentos avaliados, sendo representados Biodentine (A), Cimmo (B), MTA Branco (C), MTA HP (D) e Bio-C Repair (E), todos os cimentos apresentados estão em escala de 1000 x, com exceção do Bio-C Repair

que está estampado em escala de 1500 x. Também, nota-se o mapeamento elementar dos cimentos, seguidos pelo espectro de energia dispersiva de raios X (EDS). Além disso, a composição elementar dos cimentos está descrita nas tabelas ao lado dos gráficos de cada elemento.



**Figura 3:** Representação gráfica dos difratogramas de raios X (DRX), sendo o Biodentine (A), Cimmo (B), MTA Branco (C), MTA HP (D) e Bio-C Repair (E). As linhas experimentais (preta) foram comparadas com as fases de referência, no cimento biodentine identificou-se a presença de Silicato de cálcio ( $\text{Ca}_3(\text{SiO}_4)\text{O}$ ), com código de referência [00-049-0442]; óxido de silicato ( $\text{SiO}_2$ ), com código de referência [01-075-3165]; calcita carbonato de cálcio ( $\text{Ca}(\text{CO}_3)$ ), com código de referência [01-072-1652]; e Óxido de Zircônio Baddeleyite ( $\text{ZrO}_2$ ), com código de referência [00-037-1484]; no cimento cimmo identificamos a presença de Silicato de cálcio-olivina ( $\text{Ca}_2(\text{SiO}_4)$ ), com código de referência [00-001-1029]; Sulfato de Bário ( $\text{BaSO}_4$  - Barita), com código de referência [00-024-1035]; calcita carbonato de cálcio ( $\text{Ca}(\text{CO}_3)$ ), com código de referência [01-072-1652]; Silicato de Cálcio Sódico ( $\text{Na}_2\text{CaSiO}_4$ ), com código de referência [00-035-0123] e Hatrurita ( $\text{Ca}_3(\text{SiO}_4)\text{O}$ ), com código de referência [01-085-1378]; com o cimento MTA Branco identificou-se a presença de Silicato de Cálcio ( $\text{Ca}_3\text{SiO}_5$ ), com código de referência [00-049-0442]; e Óxido de Tungstênio Cálcio Magnésio ( $\text{Mg}_2\text{CaWO}_6$ ) com código de referência [00-06-0230]; no cimento MTA HP foi identificado a presença de Silicato de Cálcio ( $\text{Ca}_3\text{SiO}_5$ ), com código de referência [00-049-0442]; e Óxido de Tungstênio Cálcio Magnésio ( $\text{Mg}_2\text{CaWO}_6$ ) com código de referência [00-06-0230]; por fim no cimento Bio-C Repair identificou-se a presença de de Hatrurita ( $\text{Ca}_3(\text{SiO}_4)\text{O}$ ), com código de referência [01-073-0599], e Silicato de Estrôncio e Magnésio ( $\text{Sr}_2\text{Mg}(\text{Si}_2\text{O}_7)$ ), com código de referência [01-075-3217].

## CONCLUSÕES:

A caracterização físico-química revelou diferenças relevantes entre os cimentos nacionais analisados. MTA HP e MTA Branco apresentaram maior cristalinidade e estabilidade, enquanto Biodentine e Bio-C Repair mostraram composição compatível com boa bioatividade. O Cimmo HD apresentou formulação distinta, mas com menor definição estrutural. Esses achados reforçam a importância de conhecer as propriedades dos materiais disponíveis no mercado para uma escolha clínica mais segura e eficaz.

## BIBLIOGRAFIA

- Williams DF. There is no such thing as a biocompatible material. *Biomaterials* 2014;35:10009–14. <https://doi.org/10.1016/j.biomaterials.2014.08.035>.
- Parirokh M, Torabinejad M. Mineral Trioxide Aggregate: A Comprehensive Literature Review—Part I: Chemical, Physical, and Antibacterial Properties. *Journal of Endodontics* 2010;36:16–27. <https://doi.org/10.1016/j.joen.2009.09.006>.
- Torabinejad M, Parirokh M, Dummer PMH. Mineral trioxide aggregate and other bioactive endodontic cements: an updated overview – part II: other clinical applications and complications. *Int Endodontic J* 2018;51:284–317. <https://doi.org/10.1111/iej.12843>.
- Camilleri J, Montesin F, Brady K, Sweeney R, Curtis R, Ford T. The constitution of mineral trioxide aggregate. *Dental Materials* 2005;21:297–303. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2004.05.010>.
- Húngaro Duarte MA, De Oliveira El Kadre GD, Vivan RR, Guerreiro Tanomaru JM, Filho MT, De Moraes IG. Radiopacity of Portland Cement Associated With Different Radiopacifying Agents. *Journal of Endodontics* 2009;35:737–40. <https://doi.org/10.1016/j.joen.2009.02.006>.
- Chao Y-C, Chen P-H, Su W-S, et al. Effectiveness of different root-end filling materials in modern surgical endodontic treatment: A systematic review and network meta-analysis. *Journal of Dental Sciences* 2022;17:1731–43. <https://doi.org/10.1016/j.jds.2022.05.013>.
- S A, Azhar S, Manan R, Bansal N, Singh D, Chauhan B. Comparison of the Microleakages of Four Root-End Filling Materials: An In Vitro Study. *Cureus* 2023. <https://doi.org/10.7759/cureus.40461>.

8. Setzer FC, Kratchman SI. Present status and future directions: Surgical endodontics. *Int Endodontic J* 2022;55:1020–58. <https://doi.org/10.1111/iej.13783>.
9. Das M, Mohapatra A, Al Malwi AA, et al. In Vitro Assessment of Sealing Ability of Various Materials Used for Repair of Furcal Perforation: A SEM Study. *The Journal of Contemporary Dental Practice* 2023;23:1136–9. <https://doi.org/10.5005/jp-journals-10024-3425>.
10. Gorni FG, Ionescu AC, Ambrogi F, Brambilla E, Gagliani MM. Prognostic Factors and Primary Healing on Root Perforation Repaired with MTA: A 14-year Longitudinal Study. *Journal of Endodontics* 2022;48:1092–9. <https://doi.org/10.1016/j.joen.2022.06.005>.
11. Jawdekar A, Mungekar-Markandey S, Mistry L. Clinical Success of Iatrogenic Perforation Repair Using Mineral Trioxide Aggregate and Other Materials in Primary Molars: A Systematic Review and Meta-analysis. *International Journal of Clinical Pediatric Dentistry* 2023;15:610–6. <https://doi.org/10.5005/jp-journals-10005-2038>.
12. Asgary S. Surgical management of large-perforated class 4 invasive cervical root resorption: A case report. *Journal of Dental Sciences* 2023;18:484–5. <https://doi.org/10.1016/j.jds.2022.07.012>.
13. Díaz JA, Bustos L, Brandt AC, Fernández BE. Dental injuries among children and adolescents aged 1-15 years attending to public hospital in Temuco, Chile: Traumatic dental injuries in Chile. *Dental Traumatology* 2010;26:254–61. <https://doi.org/10.1111/j.1600-9657.2010.00878.x>.
14. Caleza-Jiménez C, Ribas-Pérez D, Biedma-Perea M, Solano-Mendoza B, Mendoza-Mendoza A. Radiographic differences observed following apexification vs revascularization in necrotic immature molars and incisors: a follow-up study of 18 teeth. *Eur Arch Paediatr Dent* 2022;23:381–9. <https://doi.org/10.1007/s40368-022-00692-z>.
15. Gunal E, Bezgin T, Ocak M, Bilecenoglu B. Effects of various thicknesses and levels of mineral trioxide aggregate coronal plugs on nanoleakage and fracture resistance in revascularization: An in vitro study. *Aust Endodontic J* 2021;47:608–15. <https://doi.org/10.1111/aej.12531>.
16. Arikan V. Comparative evaluation of four endodontic biomaterials and calcium hydroxide regarding their effect on fracture resistance of simulated immature teeth. *European Journal of Paediatric Dentistry* 2020;23–8. <https://doi.org/10.23804/ejpd.2020.21.01.05>.
17. Queiroz MB, Torres FFE, Rodrigues EM, et al. Physicochemical, biological, and antibacterial evaluation of tricalcium silicate-based reparative cements with different radiopacifiers. *Dental Materials* 2021;37:311–20. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2020.11.014>.
18. Domingos Pires M, Cordeiro J, Vasconcelos I, et al. Effect of different manipulations on the physical, chemical and microstructural characteristics of Biodentine. *Dental Materials* 2021;37:e399–406. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2021.03.021>.
19. Klein-Junior CA, Zimmer R, Dobler T, et al. Cytotoxicity assessment of Bio-C Repair Ion+: A new calcium silicate-based cement. *J Dent Res Dent Clin Dent Prospects* 2021;15:152–6. <https://doi.org/10.34172/joddd.2021.026>.
20. 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;34:29–38. <https://doi.org/10.1590/0103-6440202304974>.
21. Camilleri J, Sorrentino F, Damidot D. Investigation of the hydration and bioactivity of radiopacified tricalcium silicate cement, Biodentine and MTA Angelus. *Dental Materials* 2013;29:580–93. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2013.03.007>.
22. Camilleri J. Staining Potential of Neo MTA Plus, MTA Plus, and Biodentine Used for Pulpotomy Procedures. *Journal of Endodontics* 2015;41:1139–45. <https://doi.org/10.1016/j.joen.2015.02.032>.
23. Ghilotti J, Sanz JL, López-García S, Guerrero-Gironés J, Pecci-Lloret MP, Lozano A, Llena C, Rodríguez-Lozano FJ, Forner L, Spagnuolo G. Comparative Surface Morphology, Chemical Composition, and Cytocompatibility of Bio-C Repair, Biodentine, and ProRoot MTA on hDPCs. *Materials (Basel)*. 2020 May 10;13(9):2189. doi: 10.3390/ma13092189. PMID: 32397585; PMCID: PMC7254305..
24. Mahmoud O, Al-Affi NA, Salihi Farook M, Ibrahim MA, Al Shehadat S, Alsaegh MA. Morphological and Chemical Analysis of Different Types of Calcium Silicate-Based Cements. *Int J Dent*. 2022 May 19;2022:6480047. doi: 10.1155/2022/6480047. PMID: 35633889; PMCID: PMC9135564.
25. 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. doi: 10.1016/j.dental.2013.03.007. Epub 2013 Mar 26. PMID: 23537569.
26. Liu J, Rawlinson SC, Hill RG, Fortune F. Strontium-substituted bioactive glasses in vitro osteogenic and antibacterial effects. *Dent Mater*. 2016 Mar;32(3):412-22. doi: 10.1016/j.dental.2015.12.013. Epub 2016 Jan 8. PMID: 26777094.