



**UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO**  
**FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE RIBEIRÃO PRETO**



**Avaliação das propriedades físico-químicas dos cimentos obturadores dos canais radiculares à base de compostos biocerâmicos após ativação sônica e ultrassônica.**

**Isadora Guardia Insaurralde**

**Ribeirão Preto**  
**2019**

**Isadora Guardia Insaurralde**

**Avaliação das propriedades físico-químicas dos cimentos obturadores dos canais radiculares à base de compostos biocerâmicos após ativação sônica e ultrassônica.**

Trabalho de conclusão de curso, apresentado como exigência para conclusão do curso de graduação em Odontologia da Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto - Universidade de São Paulo.

Orientador: Prof. Dr. Manoel D. Sousa Neto  
Colaboradores: Jardel Francisco Mazzi Chaves  
Fabiane Carneiro Lopes

**Ribeirão Preto  
2019**



Este trabalho de pesquisa foi realizado no Laboratório de Pesquisa em Endodontia do Departamento de Odontologia Restauradora da Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo.

## 1. Resumo

O objetivo foi avaliar as propriedades de tempo de endurecimento, alteração dimensional, solubilidade, escoamento e radiopacidade de um cimento à base de resina epóxica e dois cimentos à base de compostos biocerâmicos após ativação sônica (AS) e ultrassônica (AUS), seguindo a Especificação nº57 da ADA para materiais obturadores. Após manipulação, de acordo com as instruções dos fabricantes, para cada teste, os cimentos foram colocados em tubos tipo Eppendorf para realização da ativação sônica e ultrassônica. Após ativação dos cimentos, foram avaliadas as propriedades físico-químicas. Para determinar o tempo de endurecimento, moldes (10 x 2mm) foram preenchidos com cimento e, decorrido 150 segundos, os cimentos foram testados com agulha tipo Gilmore (100g), a cada 60 segundos, até não houver marcas na superfície. Para o teste de alteração dimensional, 5 corpos-de-prova cilíndricos (3,58 x 3,0 mm) foram obtidos com cada cimento testado. Após a mensuração de seus comprimentos por meio de paquímetro digital, foram imersos em 2,24 mL de água destilada e deionizada por 30 dias e mensurados novamente. Para determinar a solubilidade, amostras do cimento obtidas por moldes de teflon foram pesadas com balança e colocadas no interior de um recipiente com água destilada deionizada. O conjunto foi mantido em estufa e após a desumidificação, foram pesadas e a solubilidade do material foi determinada. Como complemento ao teste, foi realizada a espectrofotometria de absorção atômica da solução resultante. Para determinar o escoamento, um volume de 0,5mL do cimento foi espatulado e após 3 minutos, foi colocado no centro de uma placa de vidro, com o auxílio de uma seringa graduada. Em seguida, uma segunda placa de vidro com peso de 120g, foi colocada em cima do cimento. Após 10 minutos, o diâmetro da circunferência maior foi determinado. Para a radiopacidade, 5 placas de acrílico com 4 perfurações (5 X 1 mm) foram preenchidas com cimento e, ao lado de escada de alumínio padronizada, foram radiografadas com distância foco-objeto de 30 cm e exposição de 0,2 s. A densidade radiográfica foi determinada por meio do Digora for Windows 1.51. Os resultados obtidos foram submetidos à análise estatística para comparação entre os grupos. As médias obtidas para AH Plus foram: TE (SA 475,27 ± 7,52min; AUS 889,63 ± 39,76min; AS 562,34 ± 14,90min), ES (SA 50,81 ± 0,31mm; AUS 48,93 ± 0,37mm; AS 57,11 ± 0,45mm), AD (SA 1,30 ± 0,76%; AUS 19,23 ± 4,28%; AS 0,78 ± 0,35%), SB (SA 1,40 ± 0,41%; AUS 2,43 ± 0,14%; AS - 0,93 ± 0,48%) e RP (SA 9,31 ± 0,19mmAl; AUS 9,23 ± 0,12mmAl; AS 9,12 ± 0,05mmAl). As médias obtidas para Bio-C Sealer foram: TE (SA 293,73 ± 4,06min; AUS 619,89 ± 13,34min; AS 434,36 ± 12,47min), ES (SA 59,61 ± 0,34mm; AUS 72,10 ± 0,56mm; AS 40,52 ± 0,50mm), AD (SA -0,23 ± 0,1%; AUS 1,03 ± 0,41%; AS -0,49 ± 0,13%), SB (SA 4,71 ± 1,67%; AUS 11,31 ± 0,38%; AS 20,84 ± 2,56%) e RP (SA 5,06 ± 0,49mmAl; AUS 4,07 ± 0,19mmAl; AS 4,08 ± 0,68mmAl). O cimento AH Plus após AUS mostrou os maiores valores de TE, AD e SB; já o cimento Bio-C Sealer apresentou valores maiores após AUS em TE, ES e AD. (p<0,05). Conclui-se que a ativação sônica e ultrassônica dos cimentos AH Plus e Bio-C Sealer alteraram as suas propriedades físico-químicas em relação às normas propostas pela a Especificação nº57 da ANSI/ADA.

## 2. Introdução

O selamento tridimensional do sistema de canais radiculares (SCR) após um procedimento biomecânico permite determinar o sucesso a longo prazo de um tratamento endodôntico, impedindo a recolonização bacteriana e consequente reinfecção do SCR e tecidos periapicais (Buckley et al., 1995; Bouillaguet et al., 2008). Como a guta-percha não adere às paredes dentinárias, o cimento deve preencher as irregularidades e os túbulos dentinários do SCR (Buckley et al., 1995; Bouillaguet et al., 2008), permitindo a obturação de espaços vazios entre os cones de guta-percha, canais acessórios e laterais, reentrâncias e deltas apicais, por meio da ligação entre o núcleo do material de enchimento e a parede do canal radicular, além de atuar como agente lubrificante, facilitando a colocação do núcleo de enchimento e inativação das bactérias remanescentes (Kaur et al., 2015).

Os cimentos podem ser classificados de acordo com seus principais constituintes químicos em: óxido de zinco e eugenol, hidróxido de cálcio, ionômero de vidro, silicone, resina e cimentos biocerâmicos (Al-Haddad et al., 2016). O cimento à base de resina epóxica foi introduzido na endodontia no ano de 1954 por Schroeder (Schroeder et al., 1954), atualmente um dos principais cimentos à base de resina epóxica, o AH Plus, tem sido extensivamente avaliado em relação às suas propriedades físico-químicas, resposta biológica e adaptação interfacial (Marciano et al., 2011; Hergt et al., 2015), sendo considerado padrão-ouro devido à baixa solubilidade (Carvalho-Júnior et al., 2007; Hergt et al., 2015), escoamento, selamento apical (Sousa-Neto et al., 2002; Versiani et al., 2006; Nagas et al., 2009; Hergt et al., 2015), biocompatibilidade (Hergt et al., 2015) e adesão à dentina radicular (Brito-Júnior et al., 2015; Hergt et al., 2015; Martins et al., 2015).

Recentemente, um novo cimento à base de compostos biocerâmicos - Bio-C Sealer, foi lançado no mercado, e merece destaque devido à suas propriedades físicas e biológicas, uma vez que por conter silicato de cálcio e/ou fosfato de cálcio, apresentam pH alcalino, estabilidade química com o ambiente biológico, além de possibilitar melhor adaptação no interior do SCR (Candeiro et al., 2012; López-Garcia et al., 2019; Torres et al., 2019; Zordan-Bronzel et al., 2019).

Estudos recentes têm demonstrado a presença de gaps e espaços vazios após obturação com utilização de diferentes técnicas de obturação dos canais radiculares (Guimarães et al., 2014; Viapiana et al., 2015; Schäfer et al., 2016). Na tentativa de superar essas limitações, (Guimarães et al., 2014) propuseram a ativação ultrassônica do cimento endodôntico com objetivo de espalhar o cimento no interior do canal radicular e promover melhor adaptação interfacial entre o cimento obturador e as paredes do canal radicular. No entanto, ainda não se sabe, se esta ativação altera as propriedades físico-químicas dos

cimentos endodônticos em relação ao escoamento, tempo de endurecimento, radiopacidade solubilidade/desintegração e estabilidade dimensional.

As técnicas ultrassônicas estão baseadas na utilização de insertos que em alta potência promovem transmissão acústica e subsequente efeito de cavitação, o que minimiza a formação de espaços vazios dentro do material obturador e permite maior adaptação do cimento às paredes e irregularidades do canal radicular, bem como maior penetração em canais laterais e acessórios (Guimarães et al., 2014; Arslan et al., 2016; Jiang et al., 2016; Wiese et al., 2017). Por outro lado, a ativação sônica permite movimentos curtos das pontas no interior do canal com vibração de baixa frequência, gerando um fenômeno hidrodinâmico que aumenta a penetração do cimento endodôntico em áreas de difícil acesso (Arslan et al., 2016, Wiese et al., 2017). Entretanto, até o presente momento, não se pode afirmar qual a real influência desses protocolos de ativação na alteração das propriedades reológicas dos cimentos endodônticos.

Considerando que os protocolos de ativação do cimento obturador têm sido amplamente utilizados, torna-se necessário entender sua ação em relação às propriedades físico-químicas dos diferentes tipos de cimentos endodônticos. Assim, o objetivo deste trabalho foi avaliar as propriedades físico-químicas de tempo de endurecimento, alteração dimensional, solubilidade, escoamento e radiopacidade de acordo com as normas propostas pela ADA (ADA, 1983; ANSI/ADA, 2000; Carvalho-Júnior et al., 2007) de diferentes cimentos endodônticos sem ativação e após ativação ultrassônica e sônica.

### **3. Proposição**

O objetivo desse estudo foi avaliar as propriedades físico-químicas de tempo de endurecimento, alteração dimensional, solubilidade, escoamento e radiopacidade de acordo com as normas propostas pelo Instituto Nacional Americano de Normas e Técnicas da Associação Dental Americana (ADA, 1983; ANSI/ADA, 2000; Carvalho-Júnior et al., 2007) do cimento AH Plus à base de resina epóxica (Dentsply Detrey GmbH, Konstanz - Alemanha) e do cimento endodôntico biocerâmico Bio-C Sealer (Angelus, Londrina, Paraná, Brasil) após ativação sônica e ultrassônica.

#### **4. Materiais e Métodos**

Para a realização deste estudo foram utilizados os cimentos endodônticos AH Plus (Dentsply DeTrey, Konstanz, Germany), Bio-C Sealer (Angelus, Londrina, Paraná, Brasil). Os cimentos testados foram manipulados, de acordo com as recomendações de cada fabricante. O ambiente onde foram realizados os experimentos apresentou  $23\pm 2^{\circ}\text{C}$  de temperatura e umidade relativa do ar de  $95\pm 5\%$  como preconizados pela ADA, a fim de evitar alterações nos resultados.

Foram realizados três grupos experimentais de acordo com o protocolo de ativação do cimento para cada um dos cimentos endodônticos testados.

Grupo I - Sem ativação: após a manipulação do cimento para cada teste, em placa de vidro, os moldes foram preenchidos para posterior análise.

Nos Grupos II e III o cimento, após manipulação em placa de vidro, foi transferido para uma seringa (5mL/11.9mm-diâmetro, adaptada para receber 1.0 mL de cimento) e ativado de acordo com o descrito a seguir para cada grupo. Após ativação, o cimento foi imediatamente transferido da seringa para o preenchimento dos moldes de acordo com a análise de cada propriedade físico-química.

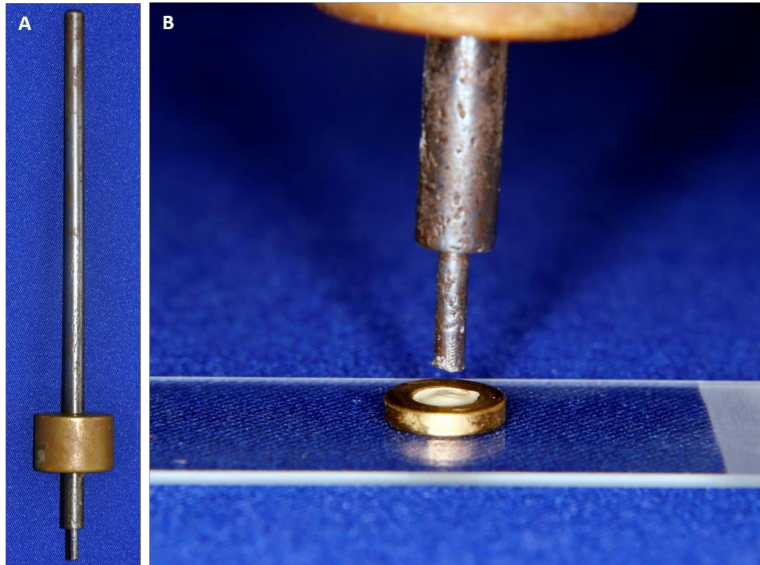
Grupo II - ativação sônica: o cimento foi ativado com EndoActivator (Dentsply Tulsa Dental Specialties, Tulsa, EUA) durante 20 segundos (10.000 ciclos por minuto) inserindo-se a ponta sônica 35/.04 na seringa, sem tocar nas paredes.

Grupo III - ativação ultrassônica: o cimento foi ativado com aparelho de ultrassom (EMS, Le Sentier, Suíça) na potência 1, durante 20 s, inserindo-se o inserto ultrassônico 20/.01 (E1, Irrisonic Tip, Helse Dental Technology, São Paulo, Brasil) na seringa, sem tocar nas paredes.

#### **Tempo de Endurecimento**

Para o teste de tempo de endurecimento, foram fixados sobre a lâmina de vidro moldes de teflon circulares com 10mm de diâmetro e 2mm de espessura. Os cimentos foram manipulados de acordo com cada fabricante e colocados no interior do molde, até seu total preenchimento. Decorridos 150 segundos, uma agulha tipo Gilmore de 100g foi colocada verticalmente sobre os cimentos, a cada 60 segundos, até que não se observasse mais marcas no cimento testado. Foi considerado como tempo de endurecimento o tempo decorrido entre o início da mistura até o momento em que as marcas da agulha de Gilmore deixassem de ser visíveis na superfície do cimento (Figura 1).

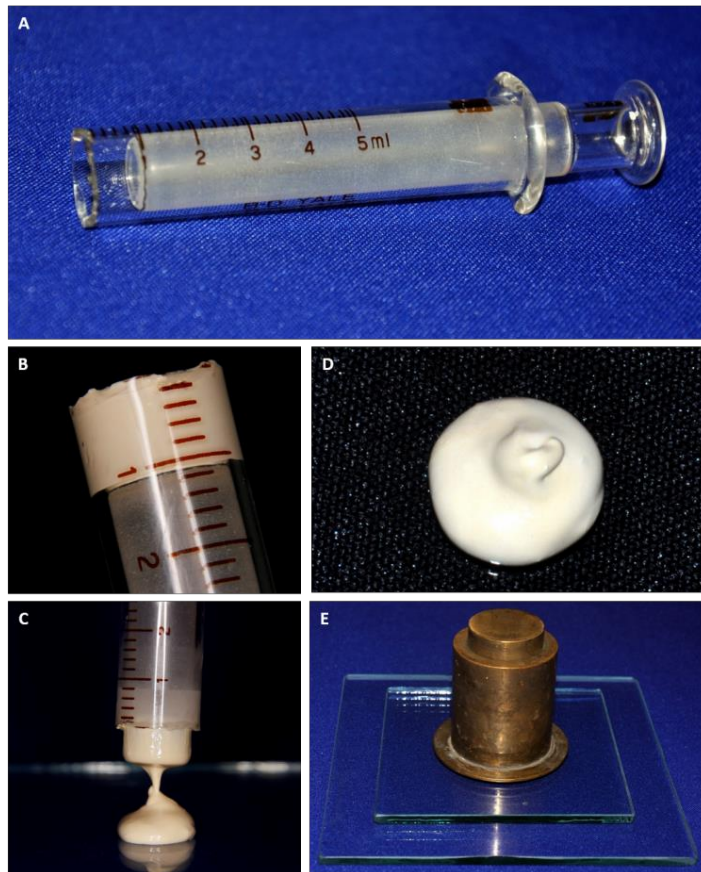




**Figura 1.** A) Agulha do Tipo Gilmore; B) Aplicação da agulha do tipo Gilmore sobre o cimento no molde metálico de aço inoxidável durante a execução do teste de tempo de endurecimento.

### **Escoamento**

Para o teste de escoamento, 0.5 mL do cimento, ativado de acordo com cada grupo, foi colocado no centro de uma placa de vidro (40 mm x 40 mm x 3 mm). Sobre o cimento foi colocada uma segunda placa de vidro e sobre este peso de 120g. Após 10 minutos, os diâmetros maior e menor do disco formado pelo cimento foram aferidos com uso de paquímetro digital. Caso a diferença entre os diâmetros maior e menor ultrapassasse 1mm, o teste era repetido, de acordo com a norma ANSI/ADA (Figura 2).



**Figura 2.** Teste de escoamento. A) Seringa Luer de vidro de 5 mL adaptada para o teste; B) Preenchimento da seringa Luer com cimento; C e D) Colocação do cimento sobre a placa de vidro; E) Colocação do conjunto placa de vidro e peso de 120 gramas sobre o cimento, durante 10 minutos.

### Alteração Dimensional

Para a avaliação da alteração dimensional, molde cilíndrico de teflon (12 mm x 6 mm) foi colocado sobre placa de vidro, envolta em papel celofane, e preenchido com cimento até que se observasse um ligeiro excesso em sua extremidade superior. Uma lâmina de vidro foi colocada sobre a extremidade superior do molde e o conjunto foi unido com auxílio de um grampo em forma de “C” (Figura 3).

Decorridos 5 minutos do início do preparo do cimento, o conjunto foi transferido para estufa com 95% de umidade relativa e 37°C e após três vezes o tempo de endurecimento do cimento, o conjunto foi removido da estufa e a superfície regularizada com o auxílio de lixa de granulação 600, sob irrigação constante com água destilada deionizada.

Os corpos de prova obtidos foram removidos dos moldes e seus comprimentos aferidos com paquímetro digital. Após a aferição, os corpos de prova foram colocados em recipientes de 10 mL de volume, contendo 2.24 mL de água destilada e deionizada a 37°C, e armazenados em estufa por 30 dias (Figura 3). Decorrido este período, os corpos de prova

foram retirados dos recipientes e secos com papel de alta absorção. O comprimento foi aferido novamente. O cálculo do percentual de alteração dimensional se deu pela fórmula:  $[(C \text{ após } 30 \text{ dias} - C) / C] \times 100$ , onde “C após 30” dias é o comprimento do corpo de prova depois de 30 dias armazenados sobre as condições experimentais e “C” é o comprimento inicial.



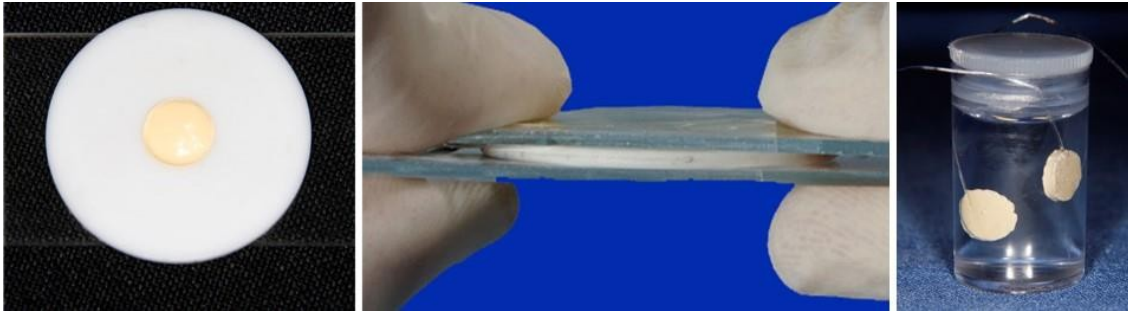
**Figura 3.** A) Molde de teflon preenchido com cimento para a obtenção de corpos de prova cilíndricos de 3,59 mm de altura por 3 mm de diâmetro para o teste de alteração dimensional; B) Corpo de prova imerso em 2,24 mL de água destilada, que será mantido por 30 dias para avaliação da alteração dimensional.

### Solubilidade

Para o teste de solubilidade, molde circular de teflon com 7,75 mm de diâmetro interno e 1,5 mm de espessura foi colocado sobre placa de vidro, envolta em papel celofane, e preenchido com cimento preparado. Um fio de nylon impermeável foi colocado sobre o cimento amolecido, e em seguida, outra placa de vidro também envolta em papel celofane, foi colocada sobre o molde e pressionada manualmente (Figura 4). O conjunto foi mantido em uma estufa a 37°C e 95% de umidade relativa. Decorrido o intervalo de três vezes o tempo de endurecimento do cimento, os corpos de prova foram retirados dos moldes e pesados três vezes, em balança de precisão.

Em seguida, os corpos de prova foram individualmente suspensos pelo fio de nylon em recipientes contendo 7,5 mL de água destilada deionizada, tomando-se o cuidado para que os mesmos não tocassem as paredes internas dos recipientes (Figura 4). Os corpos de prova foram mantidos em estufa a 37°C por 7 dias. Após este período, os corpos de prova foram retirados dos recipientes, enxaguados em água destilada deionizada e secos com papel absorvente. Em seguida, foram colocados em desumidificador por 24 h, e após, foram pesadas novamente, aproximando

os valores para os 0.001g mais próximos. A perda de massa de cada amostra foi anotada e expressa como a porcentagem da massa original do material.



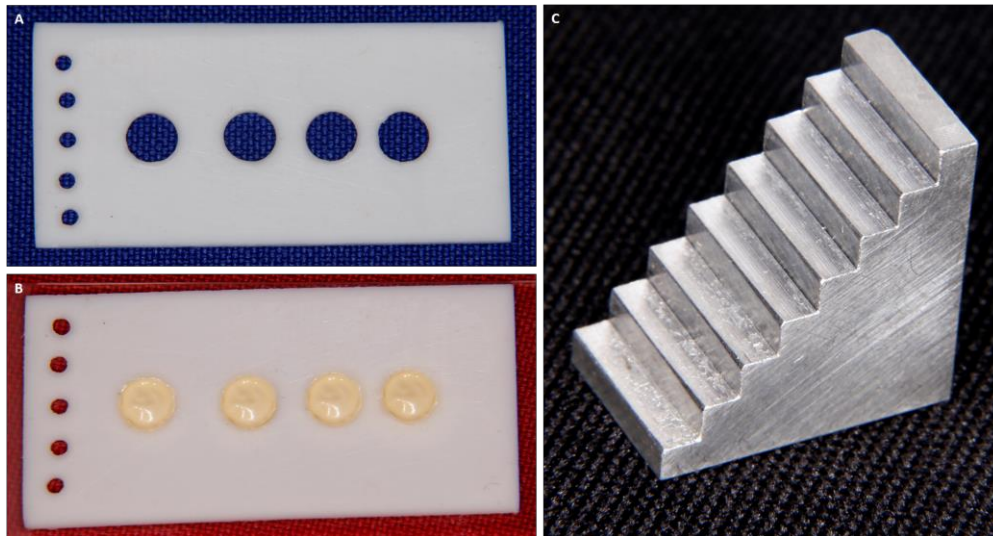
**Figura 4.** A) Molde de teflon preenchido com cimento para a obtenção de corpos de prova circulares com 1,5 mm de espessura e 7,75 mm de diâmetro interno para o teste de solubilidade; B) Conjunto lâminas/molde de teflon sob pressão digital; C) Corpo de prova imerso em 7,5 mL de água destilada, que será mantido por 7 dias para avaliação da solubilidade.

### Radiopacidade

Para a realização do teste de radiopacidade, foram confeccionadas cinco placas de acrílico (2,2 cm x 4,5 cm x 1 mm), contendo perfurações de 5 mm de diâmetro interno cada. Cada perfuração da placa foi preenchida com um dos protocolos de ativação ou não ativação dos diferentes cimentos testados, sobre os quais foi colocada uma placa de vidro envolta em lâmina de papel celofane. Todo esse conjunto foi pressionado de forma que o excesso de cimento extravasasse e, dessa forma, após três vezes o tempo de endurecimento, foram obtidas cinco amostras de cada cimento e protocolo de ativação testado.

Cada placa de acrílico, já preenchida com os cimentos, foi colocada à frente do sensor radiográfico com distância foco-objeto de 30 cm e sobre esta, outra placa de acrílico (2 mm x 1,3 cm x 4,5 cm). O objetivo dessa segunda placa foi estabilizar uma escada de alumínio 99% (liga 1100), com espessura variada de 1 a 10 mm, com degraus uniformes de 1 mm, permitindo em uma mesma tomada radiográfica, a comparação entre os degraus da escada de alumínio. A etapa seguinte consistiu na obtenção da imagem radiográfica das amostras de cimento e da escada. Para isso, foi utilizado um aparelho de Rx Spectro 70X (Dabi Atlante, Ribeirão Preto, SP, Brazil) de 70 kVp, com 8 mA e tempo de exposição de 0,2 segundos. As placas de imagem, sensibilizadas após a tomada radiográfica, foram introduzidas na leitora óptica a laser do sistema radiográfico digital Digora (Soredex Orion Corporation, Helsinki, Finland) que processou a imagem. O software Digora for Windows 1.51 fornece entre outros, o recurso de determinação da densidade radiográfica (análise densitométrica), ou seja, a radiopacidade de um determinado material, por meio de seus níveis de cinza. Nesse sentido, foi padronizada uma área de 2 mm<sup>2</sup> (ou 44,5 x 44,5

pixels) utilizada para cada corpo-de-prova, nas imagens radiográficas dos cimentos. Em todos os testes foram realizadas 5 repetições para cada cimento experimental.



**Figura 5.** A) Placa de acrílico usada na obtenção das amostras de cimento para o teste de radiopacidade; B) Placa de acrílico preenchida com os cimentos a serem testados; C) Escada de alumínio com 10 milímetros de espessura utilizada para análise da densidade radiográfica/ radiopacidade do cimento.

### Análise Estatística

Os resultados obtidos foram submetidos a testes preliminares de distribuição amostral (Shapiro-Wilk,  $p > 0,05$ ) e homogeneidade de variância (teste de Levene,  $p > 0,05$ ). Os dados de foram analisados pelo teste de Anova One-way. Ambas as análises foram acompanhadas do teste de Tukey para comparações múltiplas. Todos os testes foram realizados no software SigmaPlot 11.0, com nível de probabilidade de 95% ( $\alpha = 0,05$ ).

## 5. Resultados

A tabela I evidencia os resultados encontrados durante a análise das propriedades físico-químicas do cimento obturador AH Plus e Bio-C Sealer sem ativação, com ativação ultrassônica e com ativação sônica.

**Tabela I.** Propriedades físico-químicas dos cimentos endodônticos AH Plus e Bio-C Sealer, com e sem ativação sônica e ultrassônica (média  $\pm$  desvio- padrão).

Cimento	Protocolo	Tempo de Endurecimento (min)	Escoamento (mm)	Alteração Dimensional (%)	Solubilidade (%)	Radiopacidade (mmAl)
AH Plus	Sem ativação	475,27 $\pm$ 7,52 <sup>C</sup>	50,81 $\pm$ 0,31 <sup>B</sup>	1,30 $\pm$ 0,76 <sup>B</sup>	1,40 $\pm$ 0,41 <sup>B</sup>	9,31 $\pm$ 0,19 <sup>A</sup>
	Ativação sônica	562,34 $\pm$ 14,9 <sup>B</sup>	57,11 $\pm$ 0,45 <sup>A</sup>	0,78 $\pm$ 0,35 <sup>B</sup>	-0,93 $\pm$ 0,48 <sup>C</sup>	9,12 $\pm$ 0,05 <sup>A</sup>
	Ativação ultrassônica	889,63 $\pm$ 39,76 <sup>A</sup>	48,93 $\pm$ 0,37 <sup>C</sup>	19,23 $\pm$ 4,28 <sup>A</sup>	2,43 $\pm$ 0,14 <sup>A</sup>	9,23 $\pm$ 0,12 <sup>A</sup>
Bio-C Sealer	Sem ativação	293,73 $\pm$ 4,06 <sup>C</sup>	59,61 $\pm$ 0,34 <sup>B</sup>	-0,23 $\pm$ 0,1 <sup>B</sup>	4,71 $\pm$ 1,67 <sup>C</sup>	5,06 $\pm$ 0,49 <sup>A</sup>
	Ativação sônica	434,36 $\pm$ 12,47 <sup>B</sup>	40,52 $\pm$ 0,50 <sup>C</sup>	-0,49 $\pm$ 0,13 <sup>B</sup>	20,84 $\pm$ 2,56 <sup>A</sup>	4,08 $\pm$ 0,68 <sup>A</sup>
	Ativação ultrassônica	619,89 $\pm$ 13,34 <sup>A</sup>	72,10 $\pm$ 0,56 <sup>A</sup>	1,03 $\pm$ 0,41 <sup>A</sup>	11,31 $\pm$ 0,38 <sup>B</sup>	4,07 $\pm$ 0,19 <sup>A</sup>

Valores com letras diferentes significam diferença estatística entre colunas (entre os protocolos de ativação) para cada cimento ( $p > 0,05$ ).

### Tempo de Endurecimento

No teste de tempo de endurecimento, os valores médios encontrados foram de 475,27  $\pm$  7,52 minutos para o cimento AH Plus sem ativação, 889,63  $\pm$  39,76 minutos após ativação ultrassônica e de 562,34  $\pm$  14,9 minutos após ativação sônica. Obteve-se valores médios de 293,73  $\pm$  4,09 minutos para o cimento Bio-C Sealer sem ativação, 619,89  $\pm$  13,34 minutos após ativação ultrassônica e de 434,36  $\pm$  12,47 minutos após ativação sônica. Foi possível verificar que tanto o cimento AH Plus quanto para o Bio-C Sealer, após ativação ultrassônica apresentaram as maiores médias, sendo estatisticamente diferente do grupo de ativação sônica que apresentou valores intermediários, e do grupo sem ativação, que apresentaram os menores valores ( $p < 0,05$ ) (Tabela I). De acordo com a Especificação nº 57 da ANSI/ADA, todo material obturador de canal radicular não deve ter tempo de endurecimento superior a 10% do tempo determinado pelo próprio fabricante. Dessa forma apenas o AH Plus sem ativação está de acordo com as especificações.

### Escoamento

Em relação aos valores médios encontrados no teste de escoamento, observou-se maiores valores para o cimento AH Plus após ativação sônica ( $57,11 \pm 0,45$  mm) quando comparado aos protocolos sem ativação ( $50,81 \pm 0,31$ ) e com ativação ultrassônica ( $48,93 \pm 0,37$  mm) ( $p > 0,05$ ). Já para o cimento Bio-C Sealer, os maiores valores de escoamento foram encontrados após ativação ultrassônica ( $72,10 \pm 0,56$  mm), quando comparado aos protocolos sem ativação ( $59,61 \pm 0,34$  mm) e após ativação sônica ( $40,52 \pm 0,50$  mm) ( $p > 0,05$ ) (Tabela I).

Como protocolo, a Especificação n<sup>o</sup>57 da ANSI/ADA, estabelece que os cimentos não devem apresentar uma diferença maior que 1mm em relação ao diâmetro maior e menor do material escoado. Desta forma, independente do protocolo de ativação e do diâmetro apresentado, os cimentos AH Plus e Bio-C Sealer estão dentro dos parâmetros exigidos pela Especificação n<sup>o</sup> 57 da ANSI/ADA.

### Alteração Dimensional

No teste de alteração dimensional, os valores médios encontrados foram de  $1,30 \pm 0,76\%$  para o cimento AH Plus sem ativação, de  $19,23 \pm 4,28\%$  após ativação ultrassônica e de  $0,78 \pm 0,35\%$  após ativação sônica. Já para o cimento Bio-C Sealer, para o protocolo sem ativação foi de  $-0,23 \pm 0,1$ , de  $1,03 \pm 0,41$  após ativação ultrassônica e de  $-0,49 \pm 0,13$  após ativação sônica ( $p < 0,05$ ) (Tabela I). A especificação n<sup>o</sup> 57 da ANSI/ADA, estabelece que os cimentos não devem exceder a 1% de contração nem 0,1% de expansão. Dessa forma, foi possível verificar que apenas o cimento Bio-C Sealer sem protocolo de ativação e com ativação sônica estão de acordo com as normas exigidas pela Especificação n<sup>o</sup> 57 da ANSI/ADA.

### Solubilidade

Os valores médios e desvios-padrão do teste de solubilidade foram respectivamente de  $1,40 \pm 0,41\%$  para o cimento AH Plus sem ativação,  $2,43 \pm 0,14\%$  com ativação ultrassônica e de  $-0,93 \pm 0,48\%$  com ativação sônica. Já o cimento Bio-C Sealer apresentou valores médios de  $4,71 \pm 1,67\%$  sem ativação,  $11,31 \pm 0,38\%$  com ativação ultrassônica e  $20,84 \pm 2,56\%$  com ativação sônica. Foi possível verificar que o cimento AH Plus após ativação sônica apresentou as menores médias, quando comparado ao grupo de ativação ultrassônica em que observou-se as maiores médias. Por outro lado, o cimento Bio-C Sealer sem ativação apresentou as menores médias quando comparado ao grupo com ativação sônica em que foi possível observar os maiores valores médios ( $p < 0,05$ ) (Tabela I).

A solubilidade de um material obturador, segundo a ANSI/ADA, não deve exceder a 3% em massa. Dessa forma, foi possível observar que, apenas o cimento Bio-C Sealer, independente do protocolo de ativação, não está de acordo com os padrões estabelecidos pela ANSI/ADA para solubilidade (Tabela I).

### **Radiopacidade**

As densidades radiográficas obtidas, em escala de cinza, forneceram a média da densidade radiográfica de cada cimento testado. Os valores médios e desvios-padrão foram respectivamente de  $9,31 \pm 0,19$  mmAl para o cimento AH Plus sem ativação,  $9,23 \pm 0,12$  mmAl após ativação ultrassônica e de  $9,12 \pm 0,05$  mmAl após ativação sônica. Já para o cimento Bio-C Sealer os valores de radiopacidade observados foram de  $5,06 \pm 0,49$  mmAl sem ativação, de  $4,07 \pm 0,19$  mmAl com ativação ultrassônica e de  $4,08 \pm 0,19$  mmAl com ativação sônica ( $p < 0,05$ ) (Tabela I).

De acordo com as especificações nº 57 da ANSI/ADA, todo material obturador de canal radicular deve apresentar radiopacidade superior ou equivalente a 3mm de alumínio. Os resultados demonstram que todos os cimentos apresentaram radiopacidade superior a 3mm da escala de alumínio estabelecida pela ANSI/ADA.



## 6. Discussão

Os dispositivos de ativação sônicos e ultrassônicos são amplamente utilizados para aumentar a eficácia das soluções irrigantes (Capar et al., 2014; Karatas et al., 2014; Arslan et al., 2016), porém ainda é recente e limitado o estudo sobre o efeito destes dispositivos em pastas e cimentos endodônticos, que demonstram que as ativações sônicas e ultrassônicas são capazes de aumentar a penetração dos cimentos endodônticos nos túbulos dentinários e melhorar a adaptação entre o material obturador e a dentina radicular (Guimarães et al., 2014; Arslan et al., 2016; Wiese et al., 2017). Entretanto, ainda não é claro o que a ativação sônica ou ultrassônica acarreta na reação química dos diferentes cimentos e o impacto nas suas propriedades físico-químicas. Nesse sentido, a metodologia utilizada neste trabalho para a avaliação do efeito dos protocolos de ativação sônica e ultrassônica sobre as propriedades físico-químicas dos cimentos endodônticos foi baseada na especificação nº 57 da ANSI/ADA, com modificações propostas por Carvalho-Júnior et al., 2007.

Em 1983, a *American Dental Association* (ADA) propôs um conjunto de normas e testes usados na avaliação das propriedades físico-químicas dos materiais obturadores endodônticos, denominado de Especificação 57. Esta especificação determina os seguintes testes para avaliação das propriedades físico-químicas: escoamento, espessura do filme, tempo de endurecimento, radiopacidade solubilidade e estabilidade dimensional (ANSI/ADA. Specification n.57, 2000). Em 2000, a Especificação nº 57 da ANSI/ADA alterou a designação de solubilidade e desintegração, estabelecida em 1984, para solubilidade (ANSI/ADA, Specification n.57, 2000).

A metodologia utilizada neste estudo foi baseada na especificação nº 57 da ANSI/ADA, com modificações propostas por Carvalho-Junior et al., 2007, seguido por Resende et al., 2009; Marín-Bauza et al., 2010; Flores et al., 2011, que sugeriram a redução de 80% do volume do cimento obturador necessário para a realização dos testes de solubilidade e estabilidade dimensional, com o intuito de reduzir o consumo de material usado durante os testes. Os autores evidenciaram que a diminuição do volume dos corpos de prova não alterou os resultados, além disso, sugeriram a análise, através de espectrometria de absorção atômica do líquido resultante nos testes de solubilidade, para avaliação dos íons liberados pelos materiais obturadores durante o teste (Carvalho-Junior et al., 2007; Resende et al., 2009; Camargo et al., 2017; Lopes et al., 2019).

Os resultados do presente estudo evidenciaram que os protocolos de ativação ultrassônica e sônica alteram todas as propriedades físico-químicas estudadas. Em relação à ativação ultrassônica, estas alterações ocorrem provavelmente em função da ativação de sistemas sólido-líquido causar mudanças físicas e químicas permanentes nesta mistura devido

à cavitação, formação de microfluxos no líquido, ruptura nos sólidos e consequentemente instabilidade na interface do sistema (Mason, 1997). A cavitação é a formação de bolhas de ar próximas a superfícies irregulares de partículas sólidas, que podem crescer durante os vários ciclos até atingir um diâmetro crítico, o que induz a sua implosão (Bittmann et al., 2009; Wiesse et al., 2017). Este colapso leva a condições locais extremas, como pressão e temperaturas muito elevadas, que interferem diretamente na estrutura dos compostos (Bittmann et al., 2009), podendo provocar variações desde decomposição da parte orgânica até alteração da morfologia das estruturas cristalinas inorgânicas (Mason, 1997).

Já à os efeitos provocados na polimerização dos cimentos pela ativação sônica são menos intensos, promovendo apenas alterações físicas em função das compressões e rarefações provocadas pela propagação das ondas sonoras no meio. Ao contrário da ativação ultrassônica, a onda sonora causada não arrasta as partículas da mistura, apenas faz com que estas vibrem em torno de sua posição de equilíbrio o que causa a agitação hidrodinâmica produzindo uma pequena variação na temperatura (Ørstavik, 1983; Cameron, 1988; Ahmad, 1990; Ørstavik et al., 2001; Ørstavik, 2005; Flores et al., 2011; Arslan et al., 2016; Trevisan et al., 2017; Wiesse et al., 2017). Dessa forma, dependendo da estrutura molecular dos compostos, esses efeitos podem variar explicando o comportamento diverso observados para os diferentes cimentos avaliados no presente estudo.

Em relação ao tempo de endurecimento, ambos os protocolos de ativação aumentaram os tempos de endurecimento dos cimentos AH Plus e Bio-C Sealer com destaque para a ativação ultrassônica, que foi o protocolo que mais alterou essa propriedade. O uso de dispositivos ultrassônicos associados a insertos que atuam em alta frequência (25-40 kHz) induzem a turbulência do cimento endodôntico e formação das bolhas de cavitação, aumentando a temperatura e a pressão do sistema (Wiesse et al., 2017; Bolles et al. 2013; Oral et al., 2012; Vansan et al. 1990; Macedo et al. 2014) podendo gerar radicais na porção orgânica, responsáveis pela reação de polimerização, tornando-a mais lenta. Já a ativação sônica opera através de vibrações de baixa frequência (em até 10 kHz) que ao combinar movimentos curtos dentro e fora do canal radicular criam sinergicamente um fenômeno hidrodinâmico (Ruddle, 2007; Bolles et al. 2013). Apesar deste efeito hidrodinâmico gerado nos cimentos endodônticos ser de baixa frequência e intensidade, pode ter sido responsável pela elevação da temperatura dos cimentos, uma vez que a ativação sônica e ultrassônica podem promover um aumento da temperatura no interior dos canais radiculares em até 2°C (Ørstavik, 1983; Cameron, 1988; Ahmad, 1990; Ørstavik et al., 2001; Ørstavik, 2005; Flores et al., 2011; Trevisan et al., 2017), o que seria suficiente para alterar as propriedades físicas da mistura, influenciando diretamente no tempo de endurecimento bem como nas propriedades

reológicas dos cimentos testados. Os altos valores de tempo de endurecimento do cimento AH Plus comparado a outros cimentos endodônticos, se deve ao fato de que ocorre uma reação de polimerização lenta entre as aminas de resina epóxica com moléculas de alto peso molecular. Essa reação é lenta uma vez que a conversão dos monômeros em polímeros ocorre de modo gradual (Lin-Gibson et al., 2006). Além disso, o cimento AH Plus em sua formulação aminas alifáticas e aromáticas, que são responsáveis pelo maior tempo de endurecimento (Lin-Gibson et al., 2006; Resende et al., 2009; Flores et al., 2011; Camargo et al., 2017; Lopes et al., 2019). Entretanto, no presente trabalho, após os protocolos de ativação houve aumento nos tempos de endurecimento, o que pode ser explicado pelo fato de que a alta frequência dos protocolos de ativação altera a temperatura dos cimentos tornando ainda mais lenta a conversão dos monômeros em polímeros (Orstavik et al., 2012; Wiesse et al., 2016; Lopes et al., 2019).

Deve-se destacar que apenas o cimento AH Plus sem protocolo de ativação está de acordo com as normas propostas pela ANSI/ADA, uma vez que o tempo de endurecimento não foi superior a 10% daquele determinado pelo fabricante. Vale ressaltar, que o tempo de endurecimento é um teste que deve ser realizado inicialmente e servir de parâmetro aos demais testes, variando de acordo com os componentes, tamanho das partículas, temperatura ambiente e humidade relativa (Orstavik, 1983; Orstavik et al., 2001; Orstavik, 2005; Lores et al., 2011).

Em relação ao teste de escoamento, todos os valores encontrados independentes dos protocolos de ativação, para ambos os cimentos testados, apresentaram diâmetro superior a 20 milímetros como determinado pela ANSI/ADA. Em relação ao cimento AH Plus, esses valores podem ser atribuídos em função da presença de agentes espessantes e ativadores da polimerização como a resina epóxica, o aerosil, a amina adamantada e o NN-Dibencil-5-oxanonano-diamina-1,9 em sua composição, que durante a reação de polimerização permite a tixotropia da estrutura interna do cimento aumentando sua fluidez e penetrabilidade (Resende et al., 2009; Sydney et al., 2009; Marín-Bauza et al., 2010; Flores et al., 2011). Já para o cimento Bio-C Sealer, sugere-se que a sua capacidade de escoamento está relacionada à incorporação de agentes de dispersão (polietilenoglicol) e de reometria (óxido de silício) em sua composição.

O teste de alteração dimensional evidenciou maiores valores após a ativação ultrassônica, independente do cimento estudado. Sugere-se que o efeito da ativação ultrassônica sobre os cimentos endodônticos e a conseqüente maior incorporação das partículas de enchimento favoreceram o empacotamento das estruturas moleculares, alterando o processo catalisador dos cimentos, e conseqüentemente os níveis de alteração

dimensional. Destaca-se que apenas o cimento Bio-C Sealer sem protocolo de ativação e com ativação sônica estão de acordo com as normas exigidas pela Especificação nº 57 da ANSI/ADA.

As ativações sônicas e ultrassônicas interferiram na solubilidade dos cimentos AH Plus e Bio-C Sealer, sendo observado os maiores valores após a ativação ultrassônica. Os maiores valores de solubilidade encontrados nos cimentos após ativação ultrassônica podem ser explicados devido ao aquecimento gerado durante a ativação o que levaria à maior incorporação dos componentes, alterando as reações covalentes entre os compostos poliméricos, com consequente aumento na absorção de água, tornando o cimento mais solúvel. No presente estudo, os valores de solubilidade encontrados para o cimento Bio-C Sealer corroboram com estudos prévios que demonstraram a alta solubilidade de cimentos biocerâmicos, como o MTA Fillapex, quando comparado a outros cimentos (Borges et al., 2012; Faria-Júnior et al., 2013; Zhou et al., 2013; Viapiana et al., 2014; Da Silva et al., 2016; Gandolfi, Siboni, & Prati, 2016; Prullage et al., 2016; Ha et al., 2017; Poggio et al., 2017; López-Garcia et al., 2019; Torres et al., 2019; Zordan-Bronzel et al., 2019). Essa característica está relacionada ao processo de alcalinização do hidróxido de cálcio presente em sua composição, que em meio aquoso leva à maior liberação de íons  $\text{Ca}^{2+}$  (Faria-Júnior et al., 2013; Gandolfi et al., 2014; Da Silva et al., 2016; Prullage et al., 2016; Ha et al., 2017). Ainda, essa alta solubilidade pode ser explicada pelas nano partículas hidrofílicas que aumentam sua área de superfície e permitem que maior número de moléculas líquidas entre em contato com o cimento (Torres et al., 2019; Zordan-Bronzel et al., 2019). Embora a alta solubilidade dos cimentos à base de silicato de cálcio possa ser considerada uma desvantagem, seu potencial bioativo é uma consequência da solubilidade desses materiais, mesmo após à sua presa final (Torres et al., 2019; Zordan-Bronzel et al., 2019). Além disso, a solubilidade dos cimentos à base de silicato de cálcio pode ser explicada pela liberação dos íons  $\text{OH}^-$  e  $\text{Ca}^{2+}$  (Torres et al., 2019; Zordan-Bronzel et al., 2019). Destaca-se que um ambiente alcalino pode desempenhar um papel positivo na cicatrização apical, contribuindo para a formação de tecidos mineralizados (Torres et al., 2019; Zordan-Bronzel et al., 2019).

Vale destacar, que este processo também pode levar ao aumento do tempo de endurecimento deste cimento (Ha et al., 2017; Poggio et al., 2017). A literatura evidencia que, apesar do bom desempenho dos cimentos obturadores à base de compostos biocerâmicos, em relação a liberação de íons cálcio e escoamento, sua alta solubilidade continua sendo um problema, o que deve ser considerado no momento da indicação clínica, uma vez que a dissolução dos cimentos endodônticos pode causar a liberação de substâncias irritantes aos tecidos periapicais, bem como permitir a formação de lacunas entre canais radiculares e a massa obturadora, tornando susceptível a infiltração bacteriana ao longo do tempo (Flores et

al., 2011; Jafari & Jafari, 2017; Lopes et al., 2019; Torres et al., 2019; Zordan-Bronzel et al., 2019). Diante desses resultados, apenas o cimento Bio-C Sealer, independentemente do protocolo de ativação, não está de acordo com os padrões estabelecidos pela ANSI/ADA.

Já os resultados encontrados para o cimento AH Plus, corroboram com os trabalhos de Resende et al. (2009), Marín-Bauza et al. (2010), Flores et al. (2011) e Lopes et al. (2019) que encontraram valores semelhantes de solubilidade para o cimento AH Plus (Resende et al., 2009; Marín-Bauza et al., 2010; Flores et al., 2011; Lopes et al., 2019), e sugerem que a sua baixa solubilidade está relacionada à sua composição e reação de polimerização. Assim, após a manipulação das duas pastas, há a formação de uma reação covalente entre os compostos diepóxicos e poliamínicos. Os grupos amina promovem modificações no tempo de endurecimento, na densidade e na morfologia das resinas epóxicas. Cada grupo amina pode reagir com um grupo epóxi, de modo que o resultado é a formação de um polímero com ligação cruzada forte e compacta, o que determina os baixos níveis de solubilidade (McDermott, 1993; Case et al., 2005; Flores et al., 2011; Borges et al., 2012).

Na análise do teste de radiopacidade, independentemente do protocolo de ativação, todos os cimentos apresentaram densidade radiográfica superior aos 3mm Al determinado pela Especificação nº 57 da ANSI/ADA (Carvalho-Junior et al., 2007; Tanomaru-Filho et al., 2008; Resende et al., 2009; Marín-Bauza et al., 2010; Flores et al., 2011; Lopes et al., 2019). Os altos valores de radiopacidade encontrados para o cimento AH Plus independente do protocolo de ativação estão relacionados à presença de radiopacificadores como o óxido de zircônio, óxido de ferro e tungstato de cálcio na sua composição (Orstavik, 2001; Tagger & Katz, 2003; Carvalho-Júnior et al., 2007; Tanomaru-Filho et al., 2007; Tasdemir, 2008; Flores et al., 2011), diferentemente do cimento Bio-C Sealer que apresenta como agente radiopacificador apenas o óxido de zircônio (Torres et al., 2019; Zordan-Bronzel et al., 2019). Os resultados encontrados no presente estudo estão de acordo com os trabalhos de Carvalho-Júnior et al. (2007), Tanomaru-Filho et al. (2008), Resende et al. (2009), Marín-Bauza et al. (2010), Flores et al. (2011) e Lopes et al. (2019) que encontraram densidades radiográficas semelhantes para o cimento AH Plus e para cimentos à base de compostos biocerâmicos.

As imagens radiográficas dos cimentos foram obtidas pelo sistema digital *Digora*, com o auxílio de um sensor, substituindo então a película radiográfica convencional e utilizando o software *Digora for Windows 1.51*, o que permitiu maior acuidade dos resultados na captação, processamento, armazenamento e mensuração quando comparados nas análises por meio de filme radiográfico convencional, além da necessidade de pouca exposição para sensibilização do sensor (Carvalho-Júnior et al., 2007, Tanomaru-Filho et al., 2008; Camargo et al., 2017; Lopes et al., 2019).

Sabe-se que a ativação dos cimentos endodônticos aumenta a qualidade da obturação do sistema de canais radiculares, principalmente em áreas de difícil acesso como canais laterais e acessórios, istmos, reentrâncias e deltas apicais (Guimarães et al., 2014; Wiese et al., 2017; Lopes et al., 2019). Entretanto, os resultados laboratoriais obtidos neste trabalho permitiram concluir que os protocolos de ativação testados alteraram diretamente as propriedades físico-químicas dos cimentos endodônticos. Neste sentido, é importante que, previamente à aplicação clínica, as propriedades físico-químicas dos cimentos endodônticos associados às técnicas de ativação sejam avaliadas no sentido de verificar se as propriedades do cimento são mantidas dentro dos parâmetros estabelecidos pela ANSI/ADA, garantindo a segurança e qualidade da obturação endodôntica.

## **7. Conclusão**

Com base na metodologia empregada e nos resultados obtidos, pode-se concluir que a ativação sônica e ultrassônica dos cimentos AH Plus e Bio-C Sealer alteraram as suas propriedades físico-químicas. Entretanto, novos estudos devem ser realizados para melhor interpretação das alterações das propriedades físico-químicas dos cimentos endodônticos após os protocolos de ativação sônica e ultrassônica, fornecendo maior suporte aos pesquisadores e clínicos, na tentativa de se chegar à um protocolo ideal, que permita a melhoria na qualidade do cimento e da técnica obturadora.

## 8. Referências Bibliográficas

- Ahmad M. Measurements of temperature generated by ultrasonic file in vitro. *Endod Dent Traumatol.* 1990; 6: 230-1.
- Al-Haddad, A.; Che Ab Aziz, Z. Bioceramic-Based Root Canal Sealers: A Review. *Int J Biomat.* 2016; 2016:9753210.
- American Dental Association (ADA). Specification n. 57 for Endodontic filling materials. 1983.
- American Dental Association (ADA). Specification n. 57 for Endodontic filling materials. ANSI/ADA. Specification n.57. Endodontic Sealing Material. Chicago. USA. 2000. ANSI/ADA. Specification n.57. Endodontic Sealing Material. Chicago. USA. 2000.
- Arslan H, Abbas A, Karatas E. Influence of ultrasonic and sonic activation of epoxy-amine resin-based sealer on penetration of sealer into lateral canals. *Clin Oral Invest.* 2016; 20: 2161–4.
- Bittmann, B.; Hauptert, F.; Schlarb, A.K. Ultrasonic dispersion of inorganic nanoparticles in epoxy resin. *Ultrasonics Sonochem.* 2009; 16: 622–8.
- Bolles J.A.; He J.; Svoboda K.K.H.; Schneiderman E.; Glickman G.N. Comparison of Vibringe, EndoActivator, and needle irrigation on sealer penetration in extracted human teeth. *J Endod.* 2013; 39: 708–711.
- Borges R.P.; Sousa-Neto M.D.; Versiani M.A.; Rached-Júnior F.A.; De-Deus G.; Miranda C.E.; Pécora J.D. Changes in the surface of four calcium silicate-containing endodontic materials and an epoxy resin-based sealer after a solubility test. *Int Endod J.* 2012; 45: 419-28.
- Brito-Júnior, M.; Leoni, G. B.; Pereira, R. D.; Faria, E. S. A. L.; Gomes, E. A.; Silva-Sousa, Y. T.; Sousa-Neto, M. D. A Novel Dentin Push-Out Bond Strength Model That Uses Micro-Computed Tomography. *Journal Of Endodontics.* 2015; V. 41, N. 12: 2058-2063.
- Buckley, M.; Spangberg, L.S. The prevalence and technical quality of endodontic treatment in an American subpopulation. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod* 1995; 79: 92–100.2.
- Bouillaguet, S.; Shaw, L.; Barthelemy, J.; et al. Long-term sealing ability of Pulp Canal Sealer, AH-Plus, GuttaFlow and Epiphany. *Int Endod J.* 2008; 41:219–26.
- Camargo R.V; Silva-Sousa Y.T.C.; Rosa R.P.F.D.; Mazzi-Chaves J.F.; Lopes F.C.; Steier L.; Sousa-Neto M.D. Evaluation of the physicochemical properties of silicone- and epoxy resin-based root canal sealers. *Braz Oral Res.* 2017; 31:72.
- Cameron J.A. The effect of ultrasonic endodontics on the temperature of the root canal wall. *J Endod.* 1988; 14:554-9.
- Candeiro G.T.; Correia F.C.; Duarte M.A.; Ribeiro-Siqueira D.C.; Gavani G. Evaluation of radiopacity, pH, release of calcium ions, and flow of a bioceramic root canal sealer. *J Endod.* 2012; 38:842–5.
- Capar I.D.; Ozcan E.; Arslan H.; Ertas H.; Aydinbelge H.A. Effect of different final irrigation methods on the removal of calcium hydroxide from an artificial standardized groove in the apical third of root canals. *J Endod.* 2014; 40:451–454.
- Carneiro, S.M.; Sousa-Neto, M.D.; Rached-Júnior, F. A.; Miranda, C.E.; Silva, S.R.; Silva- Sousa, Y.T. Push-Out Strength Of Root Fillings With Or Without Thermomechanical Compaction. *Int Endod J.* 2012; 45:821-828.
- Carvalho-Junior J.R.; Correr-Sobrinho L.; Correr A. B.; Sinhorette M.A.; Consani S.; Sousa- Neto M.D. Solubility And Dimensional Change After Setting Of Root Canal Sealers: A Proposal For Smaller Dimensions Of Test Samples. *J Endod.* 2007; 33:1110-6.



- Carvalho-Júnior J.R.; Guimaraes L.F.; Correr-Sobrinho L.; Pécora J.D.; Sousa-Neto M.D. Evaluation Of Solubility, Disintegration, And Dimensional Alterations Of A Glass Ionomer Root Canal Sealer. *Braz Dent J.* 2003; 14:114-118.
- Carvalho-Junior J.R.; Correr-Sobrinho L.; Correr A. B.; Sinhoreti M. A.; Consani S.; Sousa- Neto M. D. Radiopacity of root filling materials using digital radiography. *Int Endod J.* 2007; 40:514.
- Case S.L.; O'Brien E.P.; Ward T.C. Cure profiles, crosslink density, residual stresses, and adhesion in a model epoxy. *Polymer.* 2005; 46:10831–40.
- Faria-Júnior N.B.; Tanomaru-Filho M.; Berbert F.L.; Guerreiro-Tanomaru J.M. Antibiofilm activity, Ph And Solubility Of Endodontic Sealers. *It Endod J.* 2013; 46:755-62.
- Flores D.S.; Rached F.J., Jr.; Versiani M.A.; Guedes D.F.; Sousa-Neto M.D.; Pécora J.D. Evaluation of physicochemical properties of four root canal sealers. *Int Endod J.* 2011; 44:126-135.
- Gandolfi M.G.; Siboni F.; Prati C. Properties of a novel polysiloxane-guttapercha calcium silicate-bioglass-containing root canal sealer. *Dent Mater.* 2016; 32:113-26.
- Gandolfi, M.G.; Siboni, F.; Primus, C.M.; Prati, C. Ion release, porosity, solubility, and bioactivity of MTA plus tricalcium silicate. *J Endod.* 2014; 40:1632–1637.
- Goldberg, F.; Artaza, L.P.; De Silvio, A. Effectiveness Of Different Obturation Techniques In The Filling Of Simulated Lateral Canals. *J Endod.* 2001; 27:362-364.
- Guimarães, B.M.; Amoroso-Silva, P.A.; Alcalde, M.P.; Marciano, M.A.; De Andrade, F.B.; Duarte, M.A. Influence Of Ultrasonic Activation Of 4 Root Canal Sealers On The Filling Quality. *J Endod.* 2014; 40:964-968.
- Ha W.N.; Nicholson T.; Kahler B.; Walsh L.J. Mineral Trioxide Aggregate-A Review Of Properties And Testing Methodologies. *Materials (Basel).* 2017; 10:piE1261.
- Hergt, A.; Wiegand, A.; Hülsmann, M.; Rödig, T. Ah Plus Root Canal Sealer - An Updated Literature Review. *ENDO.* 2015; 9:245-266.
- Jafari F.; Jafari S. Composition And Physicochemical Properties of calcium silicate based sealers: A review article. *J Clin Exp Dent.* 2017; 9:1249-1255.
- Jiang S.; Zou T.; Li D.; Chang J.W.; Huang X.; Zhang C. Effectiveness of sonic, ultrasonic, and photon-induced photoacoustic streaming activation of NaOCl on filling material removal following retreatment in oval canal anatomy. *Photomed Laser Surg.* 2016; 34:3–10.
- Karatas E.; Ozsu D.; Arslan H.; Erdogan A.S. Comparison of the effect of nonactivated self-adjusting file system, Vibringe, EndoVac, ultrasonic and needle irrigation on apical extrusion of debris. *Int Endod J.* 2015; 48:317-22.
- Kaur A.; Shah N.; Logani A.; Mishra N. Biototoxicity Of Commonly Used Root Canal Sealers: A Meta-Analysis. *J Conserv Dent.* 2015; 18:83–88.
- Lin-Gibson S.; Landis F.A.; Drzal P.L. Combinatorial investigation of the structure-properties characterization of photopolymerized dimethacrylate networks. *Biomaterials.* 2006; 27:1711–7.
- Lopes F.C.; Zangirolami C.; Mazzi-Chaves J.F.; Silva-Sousa A.C.; Crozeta B.M.; Silva-Sousa Y.T.; Sousa-Neto M.D. Effect Of Sonic And Ultrasonic Activation On Physicochemical Properties Of Root Canal Sealers. *J App Oral Sci.* 2019; 7:e20180556.
- López-García S.; Pecci-Lloret M.R.; Guerrero-Gironés J.; Pecci-Lloret M.P.; Lozano A.; Llena C.; Rodríguez-Lozano F.J.; Forner L. Comparative Cytocompatibility and Mineralization Potential of Bio-C Sealer and TotalFill BC Sealer. *Materials (Basel).* 2019; 22: 12-pii: E3087.

- Macedo R.G.; Verhaagen B.; Fernandez Rivas D. Et Al. Sonochemical And High-Speed Optical Characterization Of Cavitation Generated By An Ultrasonically Oscillating Dental File In Root Canal Models. *Ultrasonics Sonochem.* 2014; 21:324–35.
- Marciano M.A.; Guimaraes B.M.; Ordinola-Zapata R.; Bramante C.M.; Cavenago B.C.; Garcia R.B.; Bernardineli N.; Andrade F.B.; Moraes I.G.; Duarte M.A. Physical properties and interfacial adaptation of three epoxy resin-based sealers. *J Endod.* 2011; 37:1417-1421.
- Marín-Bauza G.A.; Rached-Junior F.J.; Souza-Gabriel A.E.; Sousa-Neto M.D.; Miranda C.E.; Silva-Sousa Y.T. Physicochemical properties of methacrylate resin-based root canal sealers. *Int Endod J.* 2010; 36:1531-6.
- Martins C.V.; Leoni G.B.; Oliveira H.F.; Arid J.; Queiroz A.M.; Silva L.; Sousa-Neto M.D. Influence of therapeutic cancer radiation on the bond strength of an epoxy- or an MTA- based sealer to root dentine. *Int Endod J.* 2016; 49:1065-72
- Mason, T. J. Ultrasound in synthetic organic chemistry. *Chem Soc Rev.* 1997; 26:443.
- Nagas E.; Altundasar E.; Serper A. The effect of master point taper on bond strength and apical sealing ability of different root canal sealers. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod.* 2009; 107:61-64.
- Oral I.; Guzel H.; Ahmetli G. Determining the mechanical properties of epoxy resin (DGEBA) composites by ultrasonic velocity measurement. *Journal of Applied Polymer Science.* 2012; 127:1667–75.
- Ørstavik D.; Nordahl I.; Tibballs J.E. Dimensional change following setting of root canal sealer materials. *Dent Materials.* 2001; 17:512–9.
- Ørstavik D. Materials used for root canal obturation: technical, biological and clinical testing. *Endod Topics.* 2005; 12:25–38.
- Orstavik D. Physical properties of root canal sealers: measurement of flow, working time, and compressive strength. *Int Endod J.* 1983; 16:99-107
- Poggio C.; Dagna A.; Ceci M.; Meravini M.V.; Colombo M.; Pietrocola G. Solubility and pH of bioceramic root canal sealers: A comparative study. *J Clin Exp Dent.* 2017; 9:1189- 94.
- Prüllage R.K.; Urban K.; Schäfer E.; Dammaschke T. Material Properties of a Tricalcium Silicate-containing, a Mineral Trioxide Aggregate-containing, and an Epoxy Resin-based Root Canal Sealer. *J Endod.* 2016; 42:1784-8.
- Resende L.M.; Rached-Junior F.J.; Versiani M.A.; Souza-Gabriel A.E.; Miranda C.E.; Silva-Sousa Y.T.; Sousa Neto M.D. A comparative study of physicochemical properties of AH Plus, Epiphany, and Epiphany SE root canal sealers. *Int Endod J.* 2009; 42:785-93.
- Ruddle C. Endodontic disinfection-tsunami irrigation. *Dent Today.* 2007; 26:8–17.
- Schäfer E.; Schrenker C.; Zupanc J.; Burklein S. Percentage of Gutta-percha Filled Areas in Canals Obturated with Cross-linked Gutta-percha Core-carrier Systems, Single-Cone and Lateral Compaction Technique. *J Endod.* 2016; 42:294–8.
- Schroeder A.; The impermeability of root canal filling material and first demonstration of new root filling materials. *SSO Schweiz Monatsschr Zahnheilkd.* 1954; 64:921-931.
- Silva E.J.; Accorsi-Mendonça T.; Pedrosa A.C.; Granjeiro J.M.; Zaia A.A. Long-Term Cytotoxicity, pH and Dissolution Rate of AH Plus and MTA Fillapex. *Braz Dent J.* 2017; 27:419-23.
- Sondi I.; Salopek-Sondi B. Silver nanoparticles as antimicrobial agent: a case study on E. coli as a model for Gram-negative bacteria. *J Colloid Interface Sci.* 2004; 275:177-82

- Sousa-Neto M.D.; Passarinho-Neto J.G.; Carvalho-Júnior J.R.; Cruz-Filho A.M.; Pécora J.D.; Saquy P.C. Evaluation of the effect of EDTA, EGTA and CDTA on dentin adhesiveness and microleakage with different root canal sealers. *Braz Dent J.* 2002; 13:123-128.
- Sousa-Neto M.D.; Passarinho-Neto J.G.; Carvalho-Júnior J.R.; Cruz-Filho A.M.; Pécora J.D.; Saquy P. C. Evaluation Of The Effect Of Edta, Egta And Cdta On Dentin Adhesiveness And Microleakage With Different Root Canal Sealers. *Braz Dent J.* 2002; 13:123- 128.
- Tanomaru-Filho M.; Bosso R.; Viapiana R.; Guerreiro-Tanomaru J.M. Radiopacity and flow of different endodontic sealers. *Acta Odontol Latinoam.* 2013; 26:121–5.
- Tanomaru-Filho M.; da Silva G.F.; Duarte M.A.; Gonçalves M.; Tanomaru J.M. Radiopacity evaluation of root-end filling materials by digitalization of images. *J Appl Oral sci.* 2008; 16:376-9.
- Taşdemir T.; Yesilyurt C.; Yildirim T.; Er K. Evaluation of the radiopacity of new root canal paste/sealers by digital radiography. *J Endod.* 2008; 34:1388–1390.
- Torres F.F.E.; Zordan-Bronzel C.L.; Guerreiro-Tanomaru J.M.; Chávez-Andrade G.M.; Pinto J.C.; Tanomaru-Filho M. Effect of immersion in distilled water or phosphate-buffered saline on the solubility, volumetric change and presence of voids of new calcium silicate-based root canal sealers. *Int Endod J.* 2019; doi: 10.1111/iej.13225
- Trevisan L.; Huerta I.R.; Michelon C.; Bello M.C.; Pillar R.; Souza Bier C.A. The Efficacy of Passive Ultrasonic Activation of Organic Solvents on Dissolving Two Root Canal Sealers. *Iran Endod J.* 2017; 12:25-28.
- Vansan L.P.; Pécora J.D.; Costa W.F.; Maia-Campos G. Effects of various irrigating solutions on the cleaning of the root canal with ultrasonic instrumentation. *Braz Dent J.* 1990; 1:37–44.
- Versiani M.A.; Carvalho-Júnior J.R.; Padilha M.I.; Lacey S.; Pascon E.A.; Sousa-Neto M.D. A comparative study of physicochemical properties of AH Plus and Epiphany root canal sealants. *Int Endod J.* 2006; 39:464-471.
- Viapiana R.; Flumigan D.L.; Guerreiro-Tanomaru J.M.; Camileri J.; Tanomaru-Filho M. Physicochemical and mechanical properties of zirconium oxide and niobium oxide modified Portland cement-based experimental endodontic sealers. *Int Endod J.* 2013; 30:1-12.
- Viapiana R.; Flumignan D.L.; Guerreiro-Tanomaru J.M.; Camilleri J.; Tanomaru-Filho M. Physicochemical and mechanical properties of zirconium oxide and niobium oxide modified Portland cement-based experimental endodontic sealers. *Int Endod J.* 2014; 47:437-48.
- Viapiana R.; Moizadeh A.T.; Camilleri L.; Wesselink P.R.; Tanomaru Filho M.; Camilleri J. Porosity and sealing ability of root fillings with gutta-percha and BioRoot RCS or AH Plus sealers. Evaluation by three ex vivo methods. *Int Endod J.* 2016; 49:774-82.
- Vitti R.P.; Prati C.; Silva E.J.; Sinhoreti M.A.; Zanchi C.H.; de Souza e Silva M.G.; Ogliari F.A.; Piva E.; Gandolfi M.G. Physical properties of MTA Fillapex sealer. *J Endod.* 2017;39:915-8.
- Wiesse P.E.B.; Silva-Sousa Y.T.; Pereira R.D.; Estrela C.; Domingues L.M.; Pécora J.D.; Sousa-Neto M.D. Effect of ultrasonic and sonic activation of root canal sealers on the push-out bond strength and interfacial adaptation to root canal dentine. *Int Endod J.* 2017 May 22. doi: 10.1111/iej.12794.
- Zhang Y.; Peng H.; Huang W.; Zhou Y.; Yan D. Facile preparation and characterization of highly antimicrobial colloid Ag or Au nanoparticles. *J Colloid Interface Sci.* 2008; 325:371-6.
- Zhou H.M.; Shen Y.; Zheng W.; Li L.; Zheng Y.F.; Haapasalo M. Physical properties of 5 root canal sealers. *J Endod.* 2013; 39:1281-6.

Zordan-Bronzel C.L.; Esteves Torres F.F.; Tanomaru-Filho M.; Chávez-Andrade G.M.; Bosso-Martelo R.; Guerreiro-Tanomaru J.M. Evaluation of Physicochemical Properties of a New Calcium Silicate-based Sealer, Bio-C Sealer. *J Endod.* 2019; 45:1248-52.