

Atendendo solicitação do autor, o
texto completo desta dissertação
será disponibilizado somente a
partir de 23/05/2024



UNESP - Universidade Estadual Paulista
“Júlio de Mesquita Filho”
Faculdade de Odontologia de Araraquara



Danilo Cassiano Ferraz

**Avaliação das propriedades físico-químicas de cimentos biocerâmicos em
diferentes modelos experimentais**

Araraquara

2022



UNESP - Universidade Estadual Paulista
“Júlio de Mesquita Filho”
Faculdade de Odontologia de Araraquara



Danilo Cassiano Ferraz

Avaliação das propriedades físico-químicas de cimentos biocerâmicos em diferentes modelos experimentais

Dissertação apresentada à Universidade Estadual Paulista (Unesp), Faculdade de Odontologia, Araraquara para obtenção do título de Mestre em Odontologia, na Área de Endodontia

Orientador: Prof. Dr. Mário Tanomaru Filho

Araraquara

2022

F381a Ferraz, Danilo Cassiano
Avaliação das propriedades físico-químicas de cimentos biocerâmicos em diferentes modelos experimentais / Danilo Cassiano Ferraz. -- Araraquara, 2022
52 p. : tabs., fotos

Dissertação (mestrado) - Universidade Estadual Paulista (Unesp), Faculdade de Odontologia, Araraquara
Orientador: Mário Tanomaru Filho

1. Endodontia. 2. Microtomografia por Raio-X. 3. Propriedades físicas. I. Título.

Sistema de geração automática de fichas catalográficas da Unesp. Biblioteca da Faculdade de Odontologia, Araraquara. Dados fornecidos pelo autor(a).

Essa ficha não pode ser modificada.

Danilo Cassiano Ferraz

Avaliação das propriedades físico-químicas de cimentos biocerâmicos em diferentes modelos experimentais

Comissão julgadora

Dissertação para obtenção do grau de Mestre em Odontologia

Presidente e orientador: Prof. Dr. Mário Tanomaru Filho

2º Examinador: Prof. Dr. Lucas da Fonseca Roberti Garcia

3º Examinador: Prof. Dr. Gustavo Sivieri de Araújo

Araraquara, 23 de maio de 2022.

DADOS CURRICULARES

Danilo Cassiano Ferraz

Nascimento: 11 de julho de 1996 – Uberlândia – Minas Gerais

Filiação: Maria de Fátima Ferraz Andrade Rodrigues

Sebastião Cassiano Rodrigues

2015 – 2019: Graduação em Odontologia pela Universidade Federal de Uberlândia – UFU

2020 – 2022: Mestrado em Odontologia, área de Endodontia, pela Faculdade de Odontologia de Araraquara – UNESP

Dedico este trabalho aos meus pais Fátima e Sebastião pelo amor, suporte e por continuarem sendo morada mesmo à distância.

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente aos meus pais Fátima e Sebastião, pelo carinho e cuidado incondicional. A vocês além de gratidão, quero devolver todo o amor em forma de orgulho, afinal, esse foi um sonho que sonhamos juntos. Agradeço pelo suporte emocional, pelas frases de incentivo e pelos ensinamentos sobre a vida que vão além de estudos. A vocês que nunca mediram esforços para verem seus filhos voarem da forma como eles quiseram. Vocês são meu exemplo e acima de tudo, meu porto seguro. Que eu consiga unir a força e a garra de ambos para conseguir enfrentar o mundo, algo que vocês sempre fizeram tão bem. Meu amor incondicional a vocês.

Ao meu irmão Vinicius, que ao longo dos anos me mostrou o verdadeiro significado de companheirismo, de união e apoio. Quem me fez enxergar o que é poder contar com alguém integralmente. Agradeço pelo prazer de poder ter crescido e termos aprendido tanto juntos. Você continua sendo suporte, razão e calma. Também ao meu irmão Nicolas, hoje com 6 anos, que com toda sua inquietude me mostrou que nem tudo precisa ser levado tão a sério. Obrigado por você proporcionar alegria, leveza e muita bagunça. Mesmo sendo tão diferentes, que possamos nós três desfrutarmos da alegria que é a nossa relação. Amo vocês.

Ao professor Mario Tanomaru Filho por todas as oportunidades e ensinamentos passados. Foi uma honra aprender tanto em uma renomada instituição com um profissional competente e responsável. Também agradeço pela confiança para a realização desse projeto tão desafiador. Também a professora Juliane, que se dispôs em vários momentos durante esses dois anos por ser tão solícita e por todo o aprendizado passado, sem isso certamente o projeto não seria o mesmo. Muito obrigado.

Aos professores Eduardo Antunes Bortoluzzi, Guilherme Ferreira da Silva, Gustavo Sivieri de Araújo e Lucas da Fonseca Roberti Garcia pela contribuição neste trabalho como banca de qualificação e/ou defesa.

À Anahi, grande amiga que me acompanha desde a graduação, por ter abraçado essa aventura que é se mudar para outra cidade e começar tudo do zero. Por ser minha parceira de trabalho a tanto tempo, por ser alicerce, razão, e além de tudo por ter sido uma ótima companhia para se morar junto. Sou eternamente grato

por todo o suporte seja em questões pessoais ou profissionais. Além de ser um grande fã, também sou muito grato a você.

Aos amigos que conheci e fizeram moradia em Araraquara, Airton e Karina (e menino Rossi). Vocês foram um guia durante esses dois anos em diversos sentidos. Obrigado pelo cuidado e pelo espaço de entrar na vida de vocês. Saibam que foi extremamente significativo iniciar o mestrado na presença de vocês e terminar da mesma forma. Obrigado por me abrigarem em suas casas, por dividirem momentos felizes comigo, e sobretudo momentos tristes. Será indiscutivelmente uma imensa saudade, porém hoje tenho a felicidade de poder levar vocês comigo como grandes amigos. Vocês vão muito longe e eu quero assistir de camarote todas suas conquistas.

À querida professora India. Obrigado pelo suporte e disposição em vários momentos. Obrigado por ter compartilhado um pouco do seu vasto conhecimento e também ter compartilhado momentos de descontração. Torço muito por você!

A todos os outros pós graduandos da área de Endodontia que tanto acrescentaram na minha vivência durante o mestrado. À amiga Larissa Pontes que serviu de amparo desde o início, foi um prazer te conhecer. Obrigado por toda a diversão que partilhamos durante essa breve estadia em Araraquara. Em especial, um agradecimento ao Jader que foi fundamental para as análises e finalização desse projeto.

Aos amigos de vida, Bruno, Giselle, Maria Clara, Paloma e Stephanie. Nós que nos acompanhamos a tantos anos, hoje estar aqui para agradecer vocês é algo de extrema importância. Vocês são e sempre serão suporte, são uma dimensão de palavras bonitas e acolhimento. Tanto já partilhamos, e hoje eu não divido apenas minha felicidade pelo encerramento desse ciclo, mas a gratidão por vocês terem caminhado junto comigo mesmo à distância. Que possamos sempre estarmos celebrando a vida um do outro. Amo muito vocês.

À minha eterna parceira de clínica, Ana Carolina Stival. Agradeço você por proporcionar a diversão que esses dois anos. Obrigado por me levar para viajar. Obrigado por escolher uma especialização em Araraquara e me visitar mensalmente. Hoje encerrado esse ciclo te deixo em Araraquara, mas com a certeza de que nosso próximo encontro será em breve e duradouro. Obrigado você. Te amo.

Às amigas Larissa Ayres, Rita Catarina e Tatiana Pêcego que foram motivo de leveza em plena pandemia. Obrigado por vocês serem tão importantes e criarem

um ambiente de confiança e suporte tão único. Obrigado ainda por serem apoio em momentos de necessidade, seja ele qual for. Vocês são pura luz.

Em especial à Brenda e Marissa que me acompanham por muitos anos. Obrigado por muitas histórias a serem contadas, muitas risadas e absurdos a serem lembrados. Obrigado por fazerem parte desse processo.

Um agradecimento especial à FAPESP – Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (Processo nº 2020/11476-0) pelo apoio financeiro concedido, sendo esse essencial para realização dessa pesquisa.

“Que as palavras que eu falo
Não sejam ouvidas como prece, nem repetidas com fervor
Apenas respeitadas como a única coisa
Que resta a um homem inundado de sentimentos
Porque metade de mim é o que ouço
Mas a outra metade é o que calo.”
Oswaldo Montenegro*

* Montenegro O. Metade. *In: Escondido no Tempo*. Rio de Janeiro: Panela Music; 1999.

Ferraz DC. Avaliação das propriedades físico-químicas de cimentos biocerâmicos em diferentes modelos experimentais [dissertação de mestrado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2022.

RESUMO

Modelos experimentais podem influenciar a avaliação de propriedades de materiais biocerâmicos. Este estudo avaliou o efeito de meios de imersão na análise das propriedades físico-químicas de materiais biocerâmicos, além de avaliar um novo cimento reparador e endodôntico. **Publicação 1:** Foram utilizados diferentes meios de imersão: água destilada, solução salina tamponada de fosfato (PBS) e método *in vivo* (fluido tissular do tecido subcutâneo de ratos). A alteração volumétrica dos cimentos reparadores Bio-C Repair (BCR, Angelus), Biodentine (BD, Septodont) e IRM (IRM, Dentsply Sirona) foi avaliada em microtomografia computadorizada (micro-CT). Tubos de PVC (n=7) foram preenchidos e escaneados em micro-CT, em seguida imersos em 7,5 mL de água destilada, PBS ou fluido tissular do tecido subcutâneo de ratos por 7 dias. IRM apresentou maior alteração volumétrica que BCR e BIO para todos os meios de imersão. BIO e BCR apresentaram alteração volumétrica similar quando imersos em PBS e água destilada. No meio *in vivo*, BIO e BCR apresentaram menor alteração volumétrica, além de um aumento volumétrico para BCR. Portanto, o meio de imersão pode influenciar a alteração volumétrica de cimentos biocerâmicos. Além disso, cimentos reparadores apresentam maior estabilidade volumétrica quando avaliados em método *in vivo*. **Publicação 2:** Avaliou as propriedades físico-químicas de alteração volumétrica, solubilidade e escoamento do cimento a base de silicato de cálcio híbrido NeoMTA 2 (Avalon Biomed) na proporção reparadora (NMTA2R) e obturadora (NMTA2S) comparado a BioRoot RCS (BIR, Septodont) e MTA Repair HP (MTAHP, Angelus). O escoamento foi realizado conforme normas ISO 6876 e a radiopacidade foi avaliada por análise radiográfica em milímetros de alumínio. Para a análise volumétrica em micro-CT, tubos de dentina (4 mm altura x 1,5 mm de diâmetro, n=5) foram preenchidos com os materiais testados. As amostras foram escaneadas após presa e após imersão em água destilada ou PBS por 7 dias. O escoamento foi melhor para NMTA2S que para BIR. NMTA2R apresentou a maior radiopacidade entre todos os materiais testados. Todos os materiais apresentaram radiopacidade e escoamento de acordo com ISO 6876. Os cimentos apresentaram alteração volumétrica diferente entre si. BIR resultou em ganho de volume, com maior aumento em PBS. NMTA2S, NMTA2R e MTAHP apresentou perda de volume. NMTA2S apresentou a maior alteração volumétrica, porém abaixo de 1%. Conclui-se NeoMTA 2 reparador e endodôntico apresentam radiopacidade de acordo com a ISO 6876. NeoMTA 2S apresentou escoamento adequado. NeoMTA 2 reparador e endodôntico apresentaram perda volumétrica abaixo de 1%, com propriedades compatíveis com a aplicação clínica.

Palavras chave: Endodontia. Microtomografia por Raio-X. Propriedades físicas.

Ferraz DC. Physicochemical properties evaluation of bioceramic cements in different experimental models [dissertação de mestrado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2022

ABSTRACT

Experimental models can influence the evaluation of properties of bioceramic materials. This study evaluated the effect of immersion solutions on the analysis of the physicochemical properties of bioceramic materials, in addition to evaluating a new reparative and endodontic material. **Publication 1:** Different immersion solutions were used: distilled water, phosphate-buffered saline (PBS) and tissue fluid from the subcutaneous tissue of rats. The volumetric change in micro-CT of the repair cements Bio-C Repair (BCR, Angelus), Biodentine (BD, Septodont) compared to IRM (IRM, Dentsply Sirona) was evaluated. PVC tubes (n=7) were filled and scanned in micro-CT, then immersed in 7.5 mL of distilled water, PBS or tissue fluid from the subcutaneous tissue of rats for 7 days. IRM showed higher volumetric change than BCR and BIO in all soaking solutions. BIO and BCR presented similar volumetric change when immersed in PBS and distilled water. When immersed *in vivo* tissue fluid, BIO and BCR showed lower volumetric change, including an increase in volume for BCR. In conclusion, the soaking media influence the evaluation of the volumetric change of calcium silicate repair materials. Calcium silicate cements present greater volumetric stability when *in vivo* method was used. **Publication 2:** Were evaluated the physicochemical properties of volumetric change, solubility and flow of a hybrid calcium silicate based material: NeoMTA 2 (Avalon Biomed) in the repair (NMTA2R) and endodontic sealer (NMTA2S) consistencies compared to BioRoot RCS (BIR, Septodont) and MTA Repair HP (MTAHP, Angelus). Flow was evaluated based on ISO 6876 standard and radiopacity was evaluated by radiographic analysis in millimeters of aluminum. Dentin tubes 4 mm high by 1.5 mm in diameter were filled with the materials for volumetric analysis in micro-CT. Samples were scanned after materials setting and after immersion in distilled water or PBS for 7 days. Flow was greater for NMTA2S than BIR. NMTA2R had the highest radiopacity among all materials. All materials presented flow and radiopacity according to ISO 6876 standard. Materials presented different volumetric change. BIR showed volume increase, with a greater increase in PBS. NMTA2S, NMTA2R and MTAHP presented volumetric decrease. NMTA2S had the higher volume change, but lower than 1%. NeoMTA 2 Sealer and Repair presented radiopacity according to ISO 6876. NeoMTA 2 Sealer showed flow higher than BioRoot. NMTA2 Sealer and NMTA2 Repair showed a volumetric decrease below 1%, with properties compatible with clinical application.

Keywords: Endodontics. X-Ray Microtomography. Physical Properties.

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	12
2 PROPOSIÇÃO	16
2.1 Proposição geral	16
2.2 Proposições específicas.....	16
3 PUBLICAÇÕES	17
3.1 Publicação 1	17
3.2 Publicação 2	29
4 CONCLUSÃO	40
REFERÊNCIAS	41
APÊNDICE.....	46
ANEXO	52

1 INTRODUÇÃO

Cimentos endodônticos devem apresentar propriedades físico-químicas de acordo com normas propostas pela American National Standards Institute (ANSI) / American Dental Association (ADA)¹ e International Organization for Standardization (ISO)², que estabelecem metodologias padronizadas para tempo de presa, escoamento, espessura de filme, solubilidade, radiopacidade e estabilidade dimensional.

A solubilidade de um cimento não deve exceder 3% da perda de massa segundo a norma ISO 6876:2012², uma vez que sua solubilização favorece a infiltração bacteriana e insucesso do tratamento endodôntico³. A estabilidade dimensional determina a alteração dimensional do material após imersão em solução aquosa, e pode sugerir a estabilidade e capacidade de selamento após aplicação clínica^{4,5}. Baseado na normativa ISO 6876:2002⁶, a alteração dimensional não deve exceder 1% de contração ou 0,1% de expansão.

Materiais à base de silicato tricálcico são cimentos hidráulicos com indicação reparadora ou como cimento endodôntico^{7,8}. São materiais que necessitam da presença de água para reação de presa, pelo processo de hidratação⁹. A partir da hidratação, ocorre a liberação prolongada de íons cálcio e hidroxila no ambiente úmido em que o cimento interage¹⁰. Os íons hidroxila são responsáveis pela alcalinidade de cimentos a base de silicato de cálcio¹¹, conferindo ao material potencial antimicrobiano⁹. Por outro lado, a liberação de íons cálcio é associada com a formação e deposição de apatita carbonatada¹², conferindo sua característica bioativa que favorece reparo por induzir o organismo a depositar tecido mineralizado⁹. Além disso, diferentes terminologias são utilizadas para se referir a cimentos a base de silicatos tricálcico, como cimentos hidráulicos e cimentos biocerâmicos¹³.

O agregado de trióxido mineral (MTA) deu início aos materiais reparadores a base de silicatos de cálcio para selamento de perfurações e obturações retrógradas¹⁴. MTA é composto por cimento Portland com adição de óxido de bismuto, responsável pela radiopacidade do material¹⁵. No entanto, escurecimento dentário pode ocorrer quando utilizados materiais contendo óxido de bismuto¹⁶⁻¹⁸. Atualmente, o fabricante do MTA (Angelus) substituiu o óxido de bismuto por tungstato de cálcio afim de evitar manchamento⁹. Além disso, MTA foi relacionado

com a possibilidade de presença de metais pesados, dificuldade de inserção e longo tempo de presa¹⁹.

Novos materiais de silicatos de cálcio foram desenvolvidos após MTA afim de sanar tais desvantagens. Biodentine (Septodont, Saint Maur des Fossés, França) é um material reparador com indicações similares ao MTA²⁰. Biodentine é composto por pó com silicato tricálcico e dicálcico, óxido de zircônio, óxido de cálcio e ferro. Seu líquido é a base de água com acelerador de presa (cloreto de cálcio) e um agente plastificador (policarboxilato). Valores maiores para solubilidade de Biodentine são relatados quando imerso em água destilada²¹⁻²³. Além disso, esse material também apresenta perda de volume após imersão em água destilada quando avaliado em microtomografia computadorizada (micro-CT)^{24,25}.

Por apresentar propriedades biológicas e potencial bioativo, cimentos obturadores à base de silicatos de cálcio foram desenvolvidos para obturação do canal radicular⁸, na forma pó/líquido ou prontos para uso. BioRoot RCS é um cimento endodôntico pó/líquido que apresenta baixa citotoxicidade, potencial bioativo e atividade antimicrobiana^{26,27}. Materiais biocerâmicos prontos para uso²⁸ apresentam maior facilidade de aplicação pois são materiais pré-manipulados^{29,30}. EndoSequence (Brasseler, Geórgia, Estados Unidos), TotalFill BC Sealer (FKG Dentaire SA, La Chaux-de-Fonds, Suíça) e Bio-C Sealer (Angelus, Londrina, PR, Brasil) são cimentos biocerâmicos prontos para uso. A presa de materiais pronto para uso ocorre após contato com a umidade presente nos túbulos dentinários^{31,32}. Esses materiais apresentam propriedades físico-químicas adequadas de radiopacidade e escoamento³⁰.

NeoMTA Plus foi desenvolvido para uso como material reparador ou cimento endodôntico de acordo com sua proporção pó/gel. NeoMTA Plus apresenta biocompatibilidade e bioatividade, e apresenta radiopacidade conforme ISO 6876:2012, além de solubilidade acima dos padrões ISO quando imerso em água destilada^{33,34}. Visando melhorar propriedades do material como escoamento e capacidade de preenchimento, NeoMTA Plus foi substituído recentemente pelo NeoMTA 2, composto por pó de silicatos de cálcio fino e gel à base de água. A composição principal do pó é silicato tricálcico e dicálcico, com radiopacificador a base de óxido de tântalo³⁵. De acordo com fabricante, o gel é um composto de >50% água e aditivos para melhor manipulação, inserção e tempo de trabalho.

Apesar de apresentarem propriedades físico-químicas e preenchimento adequados³⁶, cimentos endodônticos biocerâmicos prontos para uso apresentam valores de solubilidade acima do recomendado pela ISO 6876 em água destilada^{30,37}. Entretanto, soluções ricas em fosfato como solução salina tamponada com fosfato (PBS) têm sido utilizadas como meio alternativo de imersão para materiais de silicatos de cálcio, que demonstraram menor solubilidade^{23,38}. Além disso, a imersão em PBS possibilita a precipitação de hidroxiapatita *in vitro*^{4,39}. Portanto, meios de imersão podem exercer influência direta nos métodos de avaliação de propriedades físico-químicas de materiais a base de silicatos de cálcio como alteração dimensional e solubilidade^{25,40}.

Cimentos a base de silicato de cálcio demonstram redução significativa na solubilidade quando imersos em PBS^{4,23,41,42}. A utilização de um modelo *in vivo* pode contribuir significativamente para o entendimento do processo de hidratação e presa, simulando o comportamento clínico⁴³. Diversos estudos utilizam implante de cimentos a base de silicato do cálcio no tecido subcutâneo de ratos para avaliações biológicas^{20,44,45}. Esse modelo, além de representar uma metodologia *in vivo*, apresenta efetividade na avaliação de bioatividade e resposta inflamatória^{46,47}. Entretanto, ainda não há estudos que avaliam as propriedades volumétricas para materiais de silicatos de cálcio quando implantadas no fluido tissular do tecido subcutâneo de ratos.

Além disso, os métodos propostos para análise de solubilidade e estabilidade dimensional pela ISO 6876 e Associação Dental Americana (ADA)^{1,2} não reproduzem o comportamento tridimensional do material. A microtomografia computadorizada (micro-CT) é usada para análise das propriedades de materiais endodônticos^{4,36,48-52}. A ferramenta de micro-CT oferece um modelo tridimensional que garante maior acurácia de forma não destrutiva para esses ensaios físico-químicos⁴.

Diante disso, torna-se pertinente a avaliação das propriedades físico-químicas de materiais a base de silicato de cálcio. Essa avaliação com o emprego de novas metodologias pode garantir uma resposta mais próxima do comportamento clínico desses materiais, como é o caso da aplicação de micro-CT para análises volumétricas e um meio de imersão *in vivo* para entender a interação do material com o fluido tissular do tecido subcutâneo de ratos. Além disso, novos materiais a

base de silicato de cálcio devem ser avaliados, como cimento NeoMTA 2 que pode ser usado em proporção para material reparador ou como cimento endodôntico.

4 CONCLUSÃO

- Segundo publicação 1, o meio de imersão pode influenciar a avaliação de alteração volumétrica de cimentos a base de silicato de cálcio. Todos os materiais apresentaram maior estabilidade volumétrica quando utilizada metodologia *in vivo*.
- Segundo publicação 2, NeoMTA 2 obturador e reparador apresentaram radiopacidade de acordo com ISO 6876. NeoMTA 2 obturador apresentou escoamento adequado. NeoMTA 2 obturador e obturador apresentaram perda volumétrica abaixo de 1%, demonstrando propriedades compatíveis para aplicação clínica.

REFERÊNCIAS*

1. ANSI/ADA Specification no. 57 ADA-Laboratory testing methods: endodontic filling and sealing materials. New York; 2000.
2. ISO 6876. Root canal sealing materials London: British Standards Institution; 2012.
3. Kaul S, Kumar A, Badiyani BK, Sukhtankar L, Madhumitha M, Kumar A. Comparison of sealing ability of bioceramic sealer, AH Plus, and GuttaFlow in conservatively prepared curved root canals obturated with single-cone technique: an in vitro study. *J Pharm Bioallied Sci.* 2021; 13(Suppl 1): S857-S60.
4. Torres FFE, Zordan-Bronzel CL, Guerreiro-Tanomaru JM, Chavez-Andrade GM, Pinto JC, Tanomaru-Filho M. Effect of immersion in distilled water or phosphate-buffered saline on the solubility, volumetric change and presence of voids within new calcium silicate-based root canal sealers. *Int Endod J.* 2020; 53(3): 385-91.
5. Zordan-Bronzel CL, Torres FFE, Tanomaru-Filho M, Chavez-Andrade GM, Bosso-Martelo R, Guerreiro-Tanomaru JM. Evaluation of physicochemical properties of a new calcium silicate-based sealer, Bio-C Sealer. *J Endod.* 2019; 45(10): 1248-52.
6. ISO 6876. Root canal sealing materials London: British Standards Institution; 2002.
7. Andrade AS, Silva GF, Camilleri J, Cerri ES, Guerreiro-Tanomaru JM, Cerri PS et al. Tissue response and immunoexpression of interleukin 6 promoted by tricalcium silicate-based repair materials after subcutaneous implantation in rats. *J Endod.* 2018; 44(3): 458-63.
8. Benezra MK, Wismayer PS, Camilleri J. Influence of environment on testing of hydraulic sealers. *Sci Rep.* 2017; 7(1): 17927.
9. Camilleri J, Atmeh A, Li X, Meschi N. Present status and future directions: hydraulic materials for endodontic use. *Int Endod J.* 2022; Online ahead of print.
10. Kjellsen KO, Justnes H. Revisiting the microstructure of hydrated tricalcium silicate – a comparison to Portland cement. *Cem Concr Compos.* 2004; 26(8): 947-56.
11. Lee JK, Kwak SW, Ha JH, Lee W, Kim HC. Physicochemical properties of epoxy resin-based and bioceramic-based root canal sealers. *Bioinorg Chem Appl.* 2017; 2017: 2582849.

* De acordo com o Guia de Trabalhos Acadêmicos da FOAr, adaptado das Normas Vancouver. Disponível no site da Biblioteca: <http://www.foar.unesp.br/Home/Biblioteca/guia-de-normalizacao-atualizado.pdf>

12. Koutroulis A, Batchelor H, Kuehne SA, Cooper PR, Camilleri J. Investigation of the effect of the water to powder ratio on hydraulic cement properties. *Dent Mater.* 2019; 35(8): 1146-54.
13. Drukteinis S, Camilleri J. *Bioceramic Materials in Clinical Endodontics* 2020.
14. Hashem AA, Hassanien EE. ProRoot MTA, MTA-Angelus and IRM used to repair large furcation perforations: sealability study. *J Endod.* 2008; 34(1): 59-61.
15. Bossu M, Mancini P, Bruni E, Uccelletti D, Preziosi A, Rulli M et al. Biocompatibility and Antibiofilm Properties of Calcium Silicate-Based Cements: An In Vitro Evaluation and Report of Two Clinical Cases. *Biology (Basel).* 2021; 10(6).
16. Camilleri J, Gandolfi MG. Evaluation of the radiopacity of calcium silicate cements containing different radiopacifiers. *Int Endod J.* 2010; 43(1): 21-30.
17. Oliveira LV, de Souza GL, da Silva GR, Magalhaes TEA, Freitas GAN, Turrioni AP et al. Biological parameters, discolouration and radiopacity of calcium silicate-based materials in a simulated model of partial pulpotomy. *Int Endod J.* 2021; 54(11): 2133-44.
18. Camilleri J. Staining Potential of Neo MTA Plus, MTA Plus, and Biodentine Used for Pulpotomy Procedures. *J Endod.* 2015; 41(7): 1139-45.
19. Parirokh M, Torabinejad M. Mineral trioxide aggregate: a comprehensive literature review--Part III: Clinical applications, drawbacks, and mechanism of action. *J Endod.* 2010; 36(3): 400-13.
20. Talabani RM, Garib BT, Masaeli R, Zandsalimi K, Ketabat F. Biomineralization of three calcium silicate-based cements after implantation in rat subcutaneous tissue. *Restor Dent Endod.* 2021; 46(1): e1.
21. Alazrag MA, Abu-Seida AM, El-Batouty KM, El Ashry SH. Marginal adaptation, solubility and biocompatibility of TheraCal LC compared with MTA-angelus and biodentine as a furcation perforation repair material. *BMC Oral Health.* 2020; 20(1): 298.
22. Coaguila-Llerena H, Ochoa-Rodriguez VM, Castro-Nunez GM, Faria G, Guerreiro-Tanomaru JM, Tanomaru-Filho M. Physicochemical Properties of a Bioceramic Repair Material - BioMTA. *Braz Dent J.* 2020; 31(5): 511-5.
23. Torres FFE, Guerreiro-Tanomaru JM, Bosso-Martelo R, Chavez-Andrade GM, Tanomaru Filho M. Solubility, porosity and fluid uptake of calcium silicate-based cements. *J Appl Oral Sci.* 2018; 26: e20170465.
24. Pelepenko LE, Saavedra F, Antunes TBM, Bombarda GF, Gomes B, Zaia AA et al. Physicochemical, antimicrobial, and biological properties of White-MTAFlow. *Clin Oral Investig.* 2021; 25(2): 663-72.

25. Torres FFE, Guerreiro-Tanomaru JM, Pinto JC, Tanomaru-Filho M. Effect of Different Dimensions of Test Samples on the Volumetric Change Assessment Of Endodontic Materials. *Braz Dent J.* 2021; 32(1): 42-7.
26. Dimitrova-Nakov S, Uzunoglu E, Ardila-Osorio H, Baudry A, Richard G, Kellermann O et al. In vitro bioactivity of Bioroot RCS, via A4 mouse pulpal stem cells. *Dent Mater.* 2015; 31(11): 1290-7.
27. Prullage RK, Urban K, Schafer 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(12): 1784-8.
28. Toubes KS, Tonelli SQ, Girelli CFM, Azevedo CGS, Thompson ACT, Nunes E et al. Bio-C Repair - A New Bioceramic Material for Root Perforation Management: Two Case Reports. *Braz Dent J.* 2021; 32(1): 104-10.
29. De-Deus G, Canabarro A, Alves GG, Marins JR, Linhares AB, Granjeiro JM. Cytocompatibility of the ready-to-use bioceramic putty repair cement iRoot BP Plus with primary human osteoblasts. *Int Endod J.* 2012; 45(6): 508-13.
30. Almeida LHS, Moraes RR, Morgental RD, Pappen FG. Are premixed calcium silicate-based endodontic sealers comparable to conventional materials? A systematic review of in vitro studies. *J Endod.* 2017; 43(4): 527-35.
31. Chen B, Haapasalo M, Mobuchon C, Li X, Ma J, Shen Y. Cytotoxicity and the Effect of Temperature on Physical Properties and Chemical Composition of a New Calcium Silicate-based Root Canal Sealer. *J Endod.* 2020; 46(4): 531-8.
32. Perez-Alfayate R, Mercade M, Algar-Pinilla J, Cisneros-Cabello R, Foschi F, Cohen S. Root Canal Filling Quality Comparison of a Premixed Calcium Silicate Endodontic Sealer and Different Carrier-Based Obturation Systems. *J Clin Med.* 2021; 10(6).
33. Jimenez-Sanchez MDC, Segura-Egea JJ, Diaz-Cuenca A. Higher hydration performance and bioactive response of the new endodontic bioactive cement MTA HP repair compared with ProRoot MTA white and NeoMTA plus. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2019; 107(6): 2109-20.
34. Siboni F, Taddei P, Prati C, Gandolfi MG. Properties of NeoMTA Plus and MTA Plus cements for endodontics. *Int Endod J.* 2017; 50(2): e83-e94.
35. Rodriguez-Lozano FJ, Lozano A, Lopez-Garcia S, Garcia-Bernal D, Sanz JL, Guerrero-Girones J et al. Biomineralization potential and biological properties of a new tantalum oxide (Ta₂O₅)-containing calcium silicate cement. *Clin Oral Investig.* 2021.
36. Toia CC, Teixeira FB, Cucco C, Valera MC, Cavalcanti BN. Filling ability of three bioceramic root-end filling materials: A micro-computed tomography analysis. *Aust Endod J.* 2020; 46(3): 424-31.

37. Silva EJNL, Ferreira CM, Pinto KP, Barbosa AFA, Colaco MV, Sassone LM. Influence of variations in the environmental pH on the solubility and water sorption of a calcium silicate-based root canal sealer. *Int Endod J.* 2021; 54(8): 1394-402.
38. Urban K, Neuhaus J, Donnermeyer D, Schafer E, Dammaschke T. Solubility and pH value of 3 different root canal sealers: a long-term investigation. *J Endod.* 2018; 44(11): 1736-40.
39. Silva EJNL, Cardoso ML, Rodrigues JP, De-Deus G, Fidalgo TKDS. Solubility of bioceramic- and epoxy resin-based root canal sealers: A systematic review and meta-analysis. *Aust Endod J.* 2021; 47(3).
40. Formosa LM, Mallia B, Camilleri J. The effect of curing conditions on the physical properties of tricalcium silicate cement for use as a dental biomaterial. *Int Endod J.* 2012; 45(4): 326-36.
41. Moraes TG, Menezes AS, Grazziotin-Soares R, Moraes R, Ferreira PVC, Carvalho CN et al. Impact of immersion media on physical properties and bioactivity of epoxy resin-based and bioceramic endodontic sealers. *Polymers (Basel).* 2022; 14(4).
42. Torres FFE, Jacobs R, EzEldeen M, Guerreiro-Tanomaru JM, Dos Santos BC, Lucas-Oliveira E et al. Micro-computed tomography high resolution evaluation of dimensional and morphological changes of 3 root-end filling materials in simulated physiological conditions. *J Mater Sci Mater Med.* 2020; 31(2): 14.
43. Silva EJNL, Ehrhardt IC, Sampaio GC, Cardoso ML, Oliveira DDS, Uzeda MJ et al. Determining the setting of root canal sealers using an in vivo animal experimental model. *Clin Oral Investig.* 2021; 25(4).
44. Santos JM, Coelho CM, Sequeira DB, Marques JA, Pereira JF, Sousa V et al. Subcutaneous implantation assessment of new calcium-silicate based sealer for warm obturation. *Biomedicines.* 2021; 9(1).
45. Silva ECA, Tanomaru-Filho M, Silva GF, Lopes CS, Cerri PS, Guerreiro Tanomaru JM. Evaluation of the biological properties of two experimental calcium silicate sealers: an in vivo study in rats. *Int Endod J.* 2021; 54(1): 100-11.
46. Silva ECA, Tanomaru-Filho M, da Silva GF, Delfino MM, Cerri PS, Guerreiro-Tanomaru JM. Biocompatibility and bioactive potential of new calcium silicate-based endodontic sealers: Bio-C Sealer and Sealer Plus BC. *J Endod.* 2020; 46(10): 1470-7.
47. Garcia Lda F, Marques AA, Roselino Lde M, Pires-de-Souza Fde C, Consani S. Biocompatibility evaluation of Epiphany/Resilon root canal filling system in subcutaneous tissue of rats. *J Endod.* 2010; 36(1): 110-4.
48. Al Fouzan K, Awadh M, Badwelan M, Gamal A, Geevarghese A, Babhair S et al. Marginal adaptation of mineral trioxide aggregate (MTA) to root dentin surface with orthograde/retrograde application techniques: A microcomputed tomographic analysis. *J Conserv Dent.* 2015; 18(2): 109-13.

49. Baser Can ED, Keles A, Aslan B. Micro-CT evaluation of the quality of root fillings when using three root filling systems. *Int Endod J.* 2017; 50(5): 499-505.
50. Sisli SN, Ozbas H. Comparative micro-computed tomographic evaluation of the sealing quality of ProRoot MTA and MTA Angelus apical plugs placed with various techniques. *J Endod.* 2017; 43(1): 147-51.
51. Torres FFE, Pinto JC, Figueira GO, Guerreiro-Tanomaru JM, Tanomaru-Filho M. A micro-computed tomographic study using a novel test model to assess the filling ability and volumetric changes of bioceramic root repair materials. *Restor Dent Endod.* 2021; 46(1): e2.
52. Vergaças JHN, de Lima CO, Barbosa AFA, Vieira VTL, Antunes HS, da Silva E. Marginal gaps and voids of three root-end filling materials: A microcomputed tomographic study. *Microsc Res Tech.* 2022; 85(2): 617-22.