



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



David Hernández Maldonado

**Efeito do tratamento da guta-percha com Biovidro F18 na adesão com cimento
biocerâmico e resinoso**

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. Mario Tanomaru Filho

Araraquara

2024



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



David Hernández Maldonado

**Efeito do tratamento da guta-percha com Biovidro F18 na adesão com cimento
biocerâmico e resinoso**

Araraquara

2024

H557e Hernández Maldonado, David
Efeito do tratamento da guta-percha com Biovidro F18 na adesão
com cimento biocerâmico e resinoso / David Hernández Maldonado.
-- Araraquara, 2024
49 p. : il., tabs., fotos

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

1. Biomineralização. 2. Calcarea Silicata. 3. Guta-percha. 4.
Materiais biocompatíveis. 5. Materiais restauradores do canal
radicular. I. Título.

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

Essa ficha não pode ser modificada.

David Hernández Maldonado

**Efeito do tratamento da guta-percha com Biovidro F18 na adesão com cimento
biocerâmico e resinoso**

Comissão julgadora

Dissertação para obtenção do grau de mestre em Odontologia

Prof. Dr. Mario Tanomaru Filho

Prof. Dra. Jessie Reyes Carmona

Prof. Dra. Marina Trevelin Souza

Araraquara, 28 de março de 2024.

DADOS CURRICULARES

David Hernández Maldonado

NASCIMENTO: 02 de fevereiro de 1997 – Torreón – Coahuila

FILIAÇÃO: Magdalena Verónica Maldonado Gallegos – Raúl Eduardo Hernández Carrillo

2021 – Graduação em Cirurgião Dentista na Universidad Autónoma de Ciudad Juárez (México)

2024 – Mestre em Odontologia (Endodontia) na Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho

Dedicado à minha família, amigos, à todos que confiam em mim, e à mim mesmo,
por não desistir quando o caminho foi adverso.

AGRADECIMENTOS

Aos meus pais e irmãs, por me impulsarem a conquistar cada um dos meus sonhos desde que tenho memória. Em cada ligação de vídeo senti seu amor incondicional, me deram forças e reafirmei que meu lugar é com vocês. Estarei sempre agradecido, sem vocês não teria sido possível.

Aos amigos que fiz durante o caminho, por serem a minha família quando estava longe de casa. Amo, respeito e admiro a cada um de vocês. Podem contar comigo sempre!

Aos meus amigos no México, por entender a minha ausência. Sonho com crescermos juntos e colecionar mais momentos.

Ao meu orientador, pela confiança depositada e pelas oportunidades de crescimento profissional e pessoal.

À CAPES:

O presente trabalho foi realizado com o apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – Brasil (CAPES) – Código de financiamento 001 processo 88887.678183/2022-00.

À

FAPESP – Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (Processo nº 2021/11496-3) pelo apoio financeiro essencial para realização dessa pesquisa.

"Quem olha para fora, sonha; quem olha para dentro, desperta."

Carl Gustav Jung*

* Jung C.G., Memórias, Sonhos, Reflexões. Nova York, Pantheon Books, 1962

Hernández Maldonado D. Efeito do tratamento da guta-percha com Biovidro F18 na adesão com cimento biocerâmico e resinoso [dissertação de mestrado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2024.

RESUMO

Introdução: Falhas de adaptação podem ocorrer na interface guta-percha (GP) e cimento obturador (CO). Biovidro F18 (BF18, VETRA, Ribeirão Preto, São Paulo, Brasil) é um vidro bioativo que pode contribuir para a adesão GP-CO. O objetivo deste estudo foi analisar o efeito do revestimento (*dip-coating*) da GP com BF18 na resistência de união com cimentos obturadores. **Método:** Discos de GP (n=18) de 11 mm de diâmetro e 2 mm de espessura foram revestidos (*dip-coating*) por BF18 e distribuídos nos grupos: GP, GP-BF18 2.5%; GP-BF18 5% e GP-BF18 10%. Análise da superfície em MEV foi realizada em novos discos tratados (n=18), após imersão em PBS por 28 dias. Novos discos (n=90) foram confeccionados e preparados para teste de tração após contato com cimento biocerâmico Bio-C Sealer (BCS) e resinoso AH Plus (AHP): GP/BCS, GP-BF18 5%/BCS e GP-BF18 10%/BCS, GP/AHP, GP-BF18 5%/AHP e GP-BF18 10%/AHP. O teste de tração foi realizado em máquina universal de ensaios mecânicos (Emic DL 2000). Os dados foram analisados por meio de análise de variância (ANOVA) e teste post hoc de Tukey com um nível de significância de 5% ($p<0,05$). **Resultados:** Maior deposição de biovidro sobre a GP foi observada nas maiores concentrações de BF18. GP imersa em PBS apresentou maior deposição de material com potencial bioativo na superfície. Não houve diferença significativa na resistência de união entre GP-BF18 5%/BCS, GP-BF18 10%/BCS e GP/BCS ($p>0,05$). Resistência de união por tração foi menor para Bio-C Sealer em comparação ao AH Plus ($p<0,05$). GP-BF18 5%/AHP e GP-BF18 10%/AHP apresentaram maior resistência de união que GP/AHP ($p<0,05$). Tipo de falha predominante foi adesiva. Grupos com AHP apresentaram também falhas mistas. **Conclusões:** O tratamento da GP com Biovidro F18 aumenta a resistência de união entre guta-percha e o cimento resinoso AH Plus.

Palavras-chave: Biomineralização. Calcareia Silicata. Guta-percha. Materiais biocompatíveis. Materiais restauradores do canal radicular.

Hernández Maldonado D. Effect of gutta-percha treatment with Bioglass F18 on adhesion to bioceramic and resin sealer [dissertação de mestrado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2024.

ABSTRACT

Introduction: Adaptation failures can occur in the gutta-percha (GP) and endodontic sealer (ES) interface. Bioglass F18 (BF18, VETRA, Ribeirão Preto, São Paulo, Brazil) is a bioactive glass that can contribute to GP-ES adhesion. The aim of this study was to analyze the effect of dip-coating GP with BF18 on bond strength with endodontic sealers. **Materials and Methods:** GP discs (n=18) 11 mm in diameter and 2 mm thick were dip-coated with BF18 and distributed in the groups: GP, GP-BF18 2.5%; GP-BF18 5% and GP-BF18 10%. SEM analysis of the surface was carried out in new treated discs (n=18), after immersion in PBS for 28 days. New disks (n=90) were made and prepared for tensile testing after contact with Bio-C Sealer (BCS) and AH Plus resin cement (AHP): GP/BCS, GP-BF18 5%/BCS and GP-BF18 10%/BCS, GP/AHP, GP-BF18 5%/AHP and GP-BF18 10%/AHP. The tensile test was carried out on a universal mechanical testing machine (Emic DL 2000). Data were analyzed using analysis of variance (ANOVA) and post hoc Tukey test at a significance level of 5% ($p<0.05$). **Results:** Greater material deposition was observed in the groups with higher concentrations of BF18. GP groups immersed in PBS showed greater deposition of material on the surface. There was no significant difference in bond strength among GP-BF18 5%/BCS, GP-BF18 10%/BCS and GP/BCS ($p>0.05$). Bond strength was lower for Bio-C Sealer compared to AH Plus ($p<0.05$). GP-BF18 5%/AHP and GP-BF18 10%/AHP showed higher bond strength than GP/AHP ($p<0.05$). The predominant type of failure was adhesive. Groups with AHP also showed mixed failures. **Conclusions:** Treatment of GP with Biovidro F18 increases the bond strength between gutta-percha and AH Plus resin sealer.

Keywords: Biomineralization. Calcareo Silicata. Gutta-Percha. Biocompatible materials. Root canal filling materials.

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	10
2 PROPOSIÇÃO	13
2.1 Objetivos Específicos.....	13
3 PUBLICAÇÃO	14
3.1 Publicação 1.....	14
4 DISCUSSÃO	29
5 CONCLUSÃO	31
REFERÊNCIAS.....	32
APÊNDICE A	36

1 INTRODUÇÃO

A obturação dos canais radiculares visa promover selamento, prevenindo a reinfecção endodôntica¹⁻³. Guta-percha (GP) e cimento obturador (CO) é a associação mais empregada para obturação do sistema de canais radiculares (SCR)⁴. A interface gutta-percha/cimento obturador (GP-CO) pode apresentar falhas de união prejudicando o selamento⁵⁻¹⁰. A presença de *gaps* na interface GP-CO pode ocorrer com diferentes cimentos, incluindo os cimentos biocerâmicos (CB)^{6,11}. A adaptação da GP foi demonstrada como sendo melhor quando associado a CB do que AH Plus¹². Por outro lado, similar presença de *gaps* na interface GP-CO foi observada para cimento AH Plus e para CB^{5,9,13}.

AH Plus (Dentsply DeTrey, Konstanz, Germany) é um cimento obturador a base de resina epóxi, que apresenta adesão com a dentina, produzida por ligações covalentes entre o grupo amino da dentina e o anel epóxi da resina¹⁴. No entanto, apresenta uma pobre adesão com a GP¹⁵⁻¹⁷, sendo uma das suas principais limitações, além de não apresentar bioatividade¹⁴.

Cimentos biocerâmicos obturadores apresentam biocompatibilidade¹⁸ e potencial bioativo¹⁹. Bio-C Sealer (Angelus, Londrina, Brazil) é um cimento biocerâmico que apresenta capacidade de alcalinização, escoamento e radiopacidade adequados²⁰. Apesar de apresentar solubilidade maior do que o recomendado pela norma ISO 6876²⁰, apresenta baixa alteração volumétrica²⁰. Sua adesão com a dentina radicular é considerada melhor que a do AH Plus, devido a formação de hidroxiapatita nos túbulos dentinários²¹⁻²³.

Cones de GP com adição de biomateriais são desenvolvidos visando melhor interface entre gutta-percha e cimentos biocerâmicos. Cones de GP com partículas biocerâmicas podem apresentar melhor resistência de união quando associados à cimentos biocerâmicos²⁴. No entanto, Eltair et al.²⁵ observaram menos falhas na interface entre GP convencional associada ao cimento biocerâmico TotalFill BC Sealer em relação ao cimento e cone de GP biocerâmica (TotalFill BC gutta-percha)²⁶.

Materiais bioativos merecem destaque na Odontologia reparadora há mais de 20 anos por promoverem união química na interface entre os tecidos e o material²⁷. Na Endodontia, cimentos a base de silicato de cálcio, também denominados biocerâmicos, apresentam potencial bioativo, promovendo deposição na dentina de

hidroxiapatita carbonatada²⁸⁻³¹. Materiais obturadores devem apresentar baixa solubilidade, porosidade e alteração dimensional evitando a dissolução e contração, que podem prejudicar o selamento³²⁻³⁴.

A guta-percha associada aos cimentos obturadores, continua sendo o material sólido de escolha na obturação do SCR³⁵. A GP é um material inerte fabricado em forma de cones, composto por parte inorgânica de sulfato de bário (BaSO_4) e óxido de zinco (ZnO) e uma parte orgânica conformada por ceras, resinas e guta-percha³⁶. Esse material apresenta biocompatibilidade, estabilidade dimensional, radiopacidade e termo plasticidade³⁷. Contudo, a GP não apresenta propriedades adesivas, possibilitando microfiltração bacteriana na interface GP-CO³⁸. A resistência de união por meio do teste de *push-out* empregando cimentos endodônticos biocerâmicos com ou sem cone de guta-percha é maior quando a obturação é realizada apenas com os cimentos³⁸, com falhas adesivas entre cimento e cone de guta-percha, indicando a necessidade de maior interação entre eles.

Vidros bioativos foram propostos para uso na implantodontia por promoverem uma ligação química entre o material implantado e o tecido hospedeiro³⁹, demonstrando também propriedades adesivas e antimicrobianas³⁹⁻⁴¹.

Pesquisadores do Laboratório de Materiais Vítreos (LaMaV – UFSCar) desenvolveram uma composição de vidro, denominada F18, que apresenta alta bioatividade e pode ser usado em superfícies para melhorar a adesividade⁴². A alta atividade antimicrobiana combinada com sua elevada bioatividade torna o Biovidro F18 (VETRA, Ribeirão Preto, São Paulo, Brasil) um biomaterial com potencial para várias aplicações clínicas⁴². Partículas de vidro bioativo F18 em água destilada promovem uma suspensão que pode ser aplicada em dentina, proporcionando fechamento de túbulos dentinários com partículas minerais³⁸. Desta forma, protocolos de tratamento da GP com Biovidro F18 previamente à obturação com cimentos biocerâmicos podem aumentar a interação biocerâmico-guta-percha e promover maior selamento do SCR.

A técnica de imersão, também denominada *dip-coating*, é amplamente usada para a integração de partículas à diversos materiais. É uma técnica simples, de baixo custo, confiável e reprodutível. Visa a imersão do substrato em uma solução ou suspensão que resulta em um revestimento das partículas sobre o material^{43,44}. Sendo assim, considerando que o revestimento de Biovidro F18 melhora a osseointegração de implantes⁴⁵ e o selamento de túbulos dentinários com partículas

minerais⁴⁶, o tratamento/incorporação de Biovidro F18 na guta-precha representa uma proposta para melhorar a adesão da GP com os cimentos obturadores biocerâmicos, podendo diminuir a microinfiltração bacteriana e aumentar a taxa de sucesso do tratamento de canais radiculares.

2 PROPOSIÇÃO

O objetivo deste estudo foi analisar o efeito da GP tratada com Biovidro F18 na superfície, e a resistência de união da GP com cimentos obturadores.

2.1 Objetivos Específicos

- Avaliar a superfície e potencial bioativo da guta-percha revestida com Biovidro F18 nas concentrações de 2,5%, 5% e 10% por meio de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV);
- Avaliar a resistência de união da GP revestida com Biovidro F18, associada a cimento obturador biocerâmico ou resinoso, por meio do teste de tração.

3 PUBLICAÇÃO

Essa pesquisa resultou na seguinte publicação:

3.1 Publicação 1*

EFEITO DO TRATAMENTO DA GUTA-PERCHA COM BIOVIDRO F18 NA ADESÃO COM CIMENTO BIOCERÂMICO E RESINOSO

RESUMO

Introdução: Falhas de adaptação podem ocorrer na interface guta-percha (GP) e cimento obturador (CO). Biovidro F18 (BF18, VETRA, Ribeirão Preto, São Paulo, Brasil) é um vidro bioativo que pode contribuir para a adesão GP-CO. O objetivo deste estudo foi analisar o efeito do revestimento (*dip-coating*) da GP com BF18 na resistência de união com cimentos obturadores. **Método:** Discos de GP (n=18) de 11 mm de diâmetro e 2 mm de espessura foram revestidos (*dip-coating*) por BF18 e distribuídos nos grupos: GP, GP-BF18 2.5%; GP-BF18 5% e GP-BF18 10%. Análise da superfície em MEV foi realizada em novos discos tratados (n=18), após imersão em PBS por 28 dias. Novos discos (n=90) foram confeccionados e preparados para teste de tração após contato com cimento biocerâmico Bio-C Sealer (BCS) e resinoso AH Plus (AHP): GP/BCS, GP-BF18 5%/BCS e GP-BF18 10%/BCS, GP/AHP, GP-BF18 5%/AHP e GP-BF18 10%/AHP. O teste de tração foi realizado em máquina universal de ensaios mecânicos (Emic DL 2000). Os dados foram analisados por meio de análise de variância (ANOVA) e teste post hoc de Tukey com um nível de significância de 5% ($p<0,05$). **Resultados:** Maior deposição de biovidro foi observada nas maiores concentrações de BF18. GP imersa em PBS apresentou maior deposição de material na superfície. Não houve diferença significativa na resistência de união entre GP-BF18 5%/BCS, GP-BF18 10%/BCS e GP/BCS ($p>0,05$). Resistência de união foi menor para Bio-C Sealer em comparação ao AH Plus ($p<0,05$). GP-BF18 5%/AHP e GP-BF18 10%/AHP apresentaram maior resistência de união que GP/AHP ($p<0,05$). Tipo de falha predominante foi adesiva. Grupos com AHP apresentaram também falhas mistas. **Conclusões:** O tratamento da GP com Biovidro F18 aumenta a resistência de união entre guta-percha e o cimento resinoso AH Plus.

* O artigo segue as normas do periódico *Journal of Endodontics* para qual será submetido.

Palavras-chave: Biomineralização; Guta-percha; Adesão; Vidro bioativo; Materiais obturadores do canal radicular.

Introdução

A gutapercha (GP) representa o material sólido para obturação dos canais radiculares (CR) (1). No entanto, GP não apresenta propriedade adesiva com cimento endodôntico, podendo possibilitar micro infiltração bacteriana (2). Novas composições de GP são desenvolvidas, visando melhorar propriedades antimicrobianas e mecânicas (3–6). GP com 30% de fosfato de nióbio, demonstrou capacidade de selamento apical similar à GP biocerâmica (EndoSequence BC). No entanto, somente GP com fosfato de nióbio demonstrou bioatividade em solução de SBF (*Simulated body fluid*) (7). Cones de GP revestidos com fosfato de cálcio e apatita, associados à cimentos biocerâmicos apresentam maior resistência de união, comparados com cones convencionais (5). Contudo, a presença de falhas na interface GP-CO ainda é frequentemente observada (8–11).

Materiais bioativos merecem destaque na Odontologia por permitirem uma resposta biológica específica em diversos tecidos, como a formação de uma camada de hidroxiapatita carbonatada. Biovidro F18[®] (LaMaV – UFSCar) é uma composição de vidro em forma de pó, desenvolvida por pesquisadores do Laboratório de Materiais Vítreos (LaMaV – UFSCar, Brasil) que apresenta alta bioatividade e pode ser usado em superfícies para melhorar a adesividade química entre tecido hospedeiro e material (12). Menor formação de biofilme em implantes de titânio revestidos com Biovidro F18, foi demonstrada (13). Adicionalmente, implantes de titânio atomizados com Biovidro F18 aumentaram o contato osso-implante e a densidade óssea nas primeiras duas 2 semanas (14). Biovidro F18 modificado com cobalto induz reparo em procedimentos endodônticos (15). Desta forma, Biovidro F18 apresenta várias aplicações clínicas (12,16), podendo ser utilizado na fabricação de membranas, ou scaffolds, assim como no revestimento de implantes metálicos (13).

AH Plus (Dentsply DeTrey, Konstanz, Germany) é um cimento obturador a base de resina epóxi, que apresenta adesão com a dentina, produzida por ligações covalentes entre o grupo amino da dentina e o anel epóxi da resina (16). No entanto, apresenta uma pobre adesão com a GP (18–20), sendo uma das suas principais limitações, além de não promover bioatividade (17).

Cimentos endodônticos bioativos (biocerâmicos), a base de silicato de cálcio, foram propostos por apresentarem biocompatibilidade, bioatividade e efeito antibacteriano, promovendo o reparo dos tecidos perirradiculares por meio da deposição de hidroxiapatita carbonatada (21–24).

O objetivo deste estudo foi analisar o efeito do revestimento da GP com Biovidro F18, na superfície da GP e na resistência de união com cimentos obturadores biocerâmicos ou resinosos. A hipótese nula testada foi a de que não há diferenças significativas na resistência de união entre GP convencional e GP tratada com BF18 associada ao cimento biocerâmico Bio-C Sealer ou resinoso AH Plus.

Material e métodos

Os cimentos endodônticos usados neste estudo, seus respectivos fabricantes, composições e proporções estão descritos na Tabela 1.

Tabela 1 - Materiais, fabricantes, composições e proporções utilizadas

Material	Fabricante	Composição	Proporção
Biovidro F18	VETRA, Ribeirão Preto, SP, Brasil	SiO ₂ -CaO-Na ₂ O-MgO-K ₂ O-P ₂ O ₅ -B ₂ O ₃	-
Guta-percha	Tanariman Ind. Ltda, Macapuru, Amazonas, Brazil	Guta-percha 15.2%, cera/resina 2.9%, óxido de zinco 81.9%	-
AH Plus	Dentsply DeTrey GmbH, Konstanz, Alemanha	Resina epóxi de bisfenol-A, resina epóxi de bisfenol-F, tungstato de cálcio, óxido de zircônio, sílica, pigmentos de óxido de ferro, dibenzildiamina, aminoadamantano, óleo de silicone	1 g:1 g (pasta/pasta)
Bio-C Sealer	Angelus, Londrina, PR, Brasil	Silicatos de cálcio, aluminato de cálcio, óxido de cálcio, óxido de zircônio, óxido de ferro, dióxido de silício, agente dispersante	Pronto para uso

Discos de GP foram avaliados sem tratamento ou tratados com BF18 a través da técnica de dip-coating (revestimento) nas seguintes concentrações: 2,5%, 5% e 10%.

O tamanho amostral foi determinado baseado em dados de um estudo anterior (Al-Haddad., et al 2018) (5), com efeito de 0,50, poder de 95% e um erro de 5% pelo software G*Power 3.1 para Windows. Considerando esses parâmetros estatísticos, foram constituídos grupos com mínimo de 15 discos por grupo experimental, sendo: GP/BCS, GP-BF18 5%/BCS, GP-BF18 10%/BCS, GP/AHP, GP-BF18 5%/AHP e GP-BF18 10%/AHP.

Revestimento (*dip-coating*) da guta-percha por Biovidro F18

Biovidro F18 ® (VETRA, Ribeirão Preto, São Paulo, Brasil) é um biomaterial derivado do Biovidro 45S5, com composição à base de sílica (45%), e fórmula química: $\text{SiO}_2\text{-CaO-Na}_2\text{O-MgO-K}_2\text{O-P}_2\text{O}_5\text{-B}_2\text{O}_3$ (25). É confeccionado a partir de vários reagentes minerais que são homogeneizados e fusionados em um forno elétrico a 1200°C/4 h em cadinho de platina. O vidro é vertido em água, depois seco em estufa (100°C/24 h) e submetido à moagem. Em seguida, o biovidro passa por etapas de moagem e peneiramento para obtenção de partículas menores que 25 µm.

A técnica de revestimento (*dip-coating*) da GP (Tanari Manacapuru, Amazonas, Brasil) com Biovidro F18 foi realizada nas concentrações (em peso-%) 2,5, 5 e 10%. Biovidro em pó foi diluído em uma solução polimérica semi-sintética, de liberação controlada, a base de Hidroxipropilmetilcelulose (HPMC, UFScar, São Carlos, SP) 0,05% (26) com água destilada e álcool isopropílico (50:50), obtendo assim soluções de BF18 2,5%, 5% e 10%. As soluções foram agitadas num vórtex AP-56 (Phoenix Luferco LTDA, Araraquara, SP) na velocidade 1 (400 rpm), durante 1 minuto, para homogeneização. Discos de GP de 11 mm de diâmetro e 2 mm de espessura foram imersos na solução de Biovidro F18 por duas vezes de 10 segundos, e secagem intermediária de 20 segundos. Em seguida foram armazenados em placas de Petri, com tampa, em estufa a 37 C durante 72 horas.

Análises da superfície e bioatividade em MEV

Discos de GP (n=18) (Tanari Manacapuru, Amazonas, Brasil) foram imersos até a metade, em uma solução de HPMC com Biovidro F18: GP, GP-BF18 2.5%;

GP-BF18 5% e GP-BF18 10%. Posteriormente foram colocados no dessecador durante 28 dias. Discos adicionais de guta-percha (n=18) com 11 mm de diâmetro e 2 mm de espessura foram totalmente revestidos com Biovidro F18 (VETRA, Ribeirão Preto, São Paulo, Brasil), sendo distribuídos nos grupos experimentais: GP, GP-BF18 2.5%; GP-BF18 5% e GP-BF18 10%. Depois de armazenados a 37 C durante 72 horas, cada disco foi colocado em um tubo de plástico contendo 10 ml de PBS por 28 dias a 37°C. Após esse período, os discos de GP foram colocados no dessecador. Três espécimes de guta-percha por grupo experimental foram metalizados com ouro e analisados em MEV (Figura 2) (JEOL JSM-6610LV, Tóquio, Japão) em 4 áreas, gerando 12 análises da superfície da guta-percha (sem imersão em PBS e imersos em PBS durante 28 dias). As imagens foram submetidas a avaliação qualitativa da superfície para avaliação da deposição do biovidro e do potencial bioativo após imersão em PBS.

Para a análise da superfície,

As imagens foram classificadas de acordo com a quantidade de material observado na superfície da GP, utilizando os escores da tabela 2.

Tabela 2 - Classificação dos scores

Score 1	Discreta cobertura da guta-percha
Score 2	Biomaterial depositado recobrindo 25% da superfície
Score 3	biomaterial depositado recobrindo 50% da superfície
Score 4	biomaterial depositado recobrindo 75% da superfície
Score 5	biomaterial depositado recobrindo mais que 75% da superfície

Resistência de união por meio do Teste de Tração

Discos de resina automotiva (n=90) (Maxi Rubber, São Paulo) com 15 mm de diâmetro e 2 mm de espessura foram confeccionadas com cavidades de 11 mm de diâmetro e 1 mm de espessura. Após a padronização e polimento dos anéis de resina automotiva, as cavidades foram preenchidas com os cimentos obturadores de acordo com grupos experimentais. As concentrações de BF18 a 5% e 10% foram escolhidas para o teste em função da análise realizada em MEV. Os discos

confeccionados para teste de tração foram colocados em contato com cimento biocerâmico Bio-C Sealer (BCS) e resinoso AH Plus (AHP) conforme grupos experimentais: GP/BCS, GP-BF18 5%/BCS e GP-BF18 10%/BCS, GP/AHP, GP-BF18 5%/AHP e GP-BF18 10%/AHP. Os discos de GP foram posicionados e receberam deposição do cimento obturador. Nos discos preenchidos com AH Plus, o conjunto foi armazenado em estufa a 37° C e umidade relativa por 7 dias. Por outro lado, os conjuntos GP cimento BCS, espécimes foram armazenados num recipiente com gazes umedecidas em água destilada (umidade relativa) durante 24 horas. Após esse período, foram imersos em 2 ml de água destilada a 37° C durante 7 dias.

Depois deste período, o conjunto foi posicionado em dispositivo idealizado para máquina de testes mecânicos e realização do teste de tração (Figura 1). A resistência ao deslocamento foi avaliada, usando uma máquina de teste Emic DL 2000 com uma célula de carga de 1 kN operando a uma velocidade constante de 0,5 mm/min. Em seguida, foi realizada análise qualitativa em lupa estereoscópica, para avaliação e classificação do modo de falha.

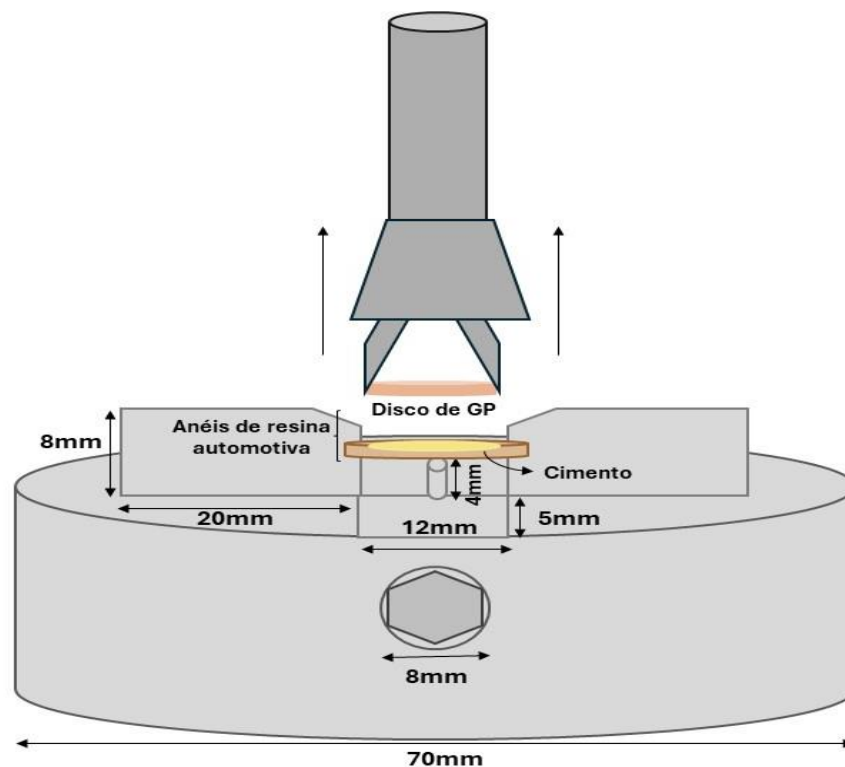


Figura 1: Dispositivo desenhado para o teste de tração

Fonte: Arquivo pessoal do autor.

Análise Estatística

Os dados foram analisados por meio de análise de variância (ANOVA) e teste post hoc de Tukey com um nível de significância de 5% ($p < 0,05$).

Resultados

Análise de superfície em MEV

Discreta cobertura por Biovidro F18 foi observada, sendo classificado por escore 1 (Fig. A e B) e após a imersão em PBS apresentou aumento na quantidade biomaterial depositado recobrindo 25% da superfície analisada no aumento de 200x, sendo classificado como escore 2 (Fig. C)

No grupo recoberto com Biovidro a 5% observou-se cobertura de 50% da superfície, sendo classificado por escore 3 (Fig. D e E) e após a imersão em PBS apresentou aumento na quantidade biomaterial depositado recobrindo entre 50 e 75% da superfície analisada no aumento de 200x, sendo classificado como escore 4 (Fig. F).

No grupo recoberto com Biovidro a 10% observou-se cobertura de 50 a 75% da superfície, sendo classificado por escore 4 (Fig. G e H) e após a imersão em PBS apresentou aumento na quantidade biomaterial depositado recobrindo mais de 75% da superfície analisada no aumento de 200x, sendo classificado como escore 5 (Fig. I).

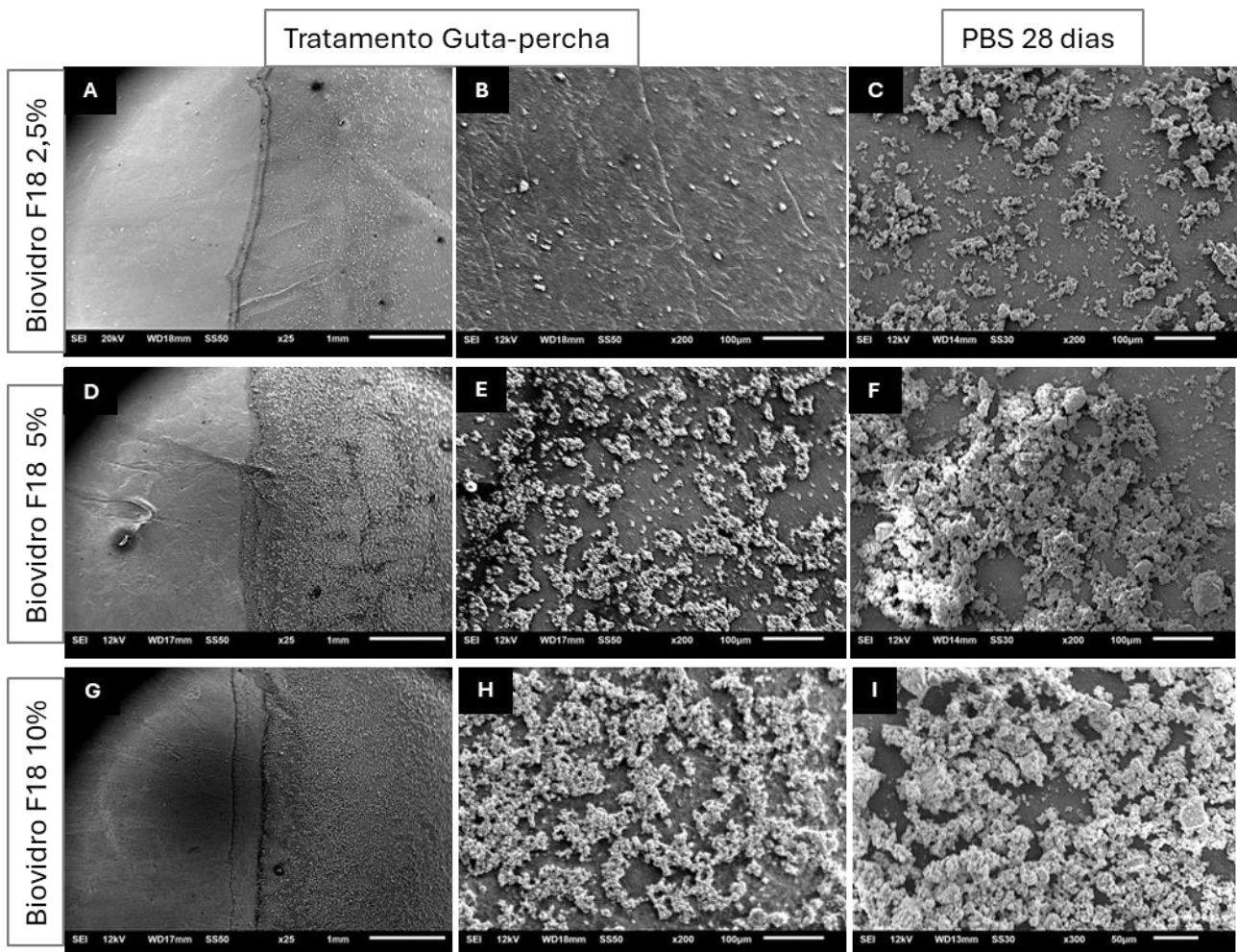


Figura 2: Imagens em microscopia eletrônica de varredura em aumentos representados na barra de cada imagem. Letras A e B representam o grupo de cobertura de gutta-percha com Biovidro F18 2,5% + solução de HPMC e letra C representa o mesmo grupo após imersão em PBS por 28 dias. Letras D e E representam o grupo de cobertura de gutta-percha com Biovidro F18 5% + solução de HPMC e letra F representa o mesmo grupo após imersão em PBS por 28 dias. Letras G e H representam o grupo de cobertura de gutta-percha com Biovidro F18 10% + solução de HPMC. C, F e I representa o mesmo grupo após imersão em PBS por 28 dias.

HPMC, hidroxipropilmetilcelulose.

Fonte: Elaboração própria.

Resistência de união à tração

Não houve diferença significativa entre os grupos experimentais GP-BF18 5%/BCS e GP-BF18 10%/BCS com o grupo GP/BCS (controle). Resistência de união por tração foi menor para Bio-C Sealer ($p < .05$) em comparação aos grupos AH Plus. GP-BF18 5%/AHP e o grupo GP-BF18 10%/AHP apresentaram maior resistência de união que GP/AHP (tabela 3). O tipo de falha predominante para os 6 grupos foi o adesivo, no entanto, 30% dos grupos experimentais com AHP apresentaram falhas mistas (tabela 4).

Tabela 3 - Médias (MPa) e desvios-padrão da resistência de união por tração

Grupo	Resistencia de união à tração (MPa)
GP/BCS	0.89 ^a (± 0.38)
GP-BF18 5%/BCS	0.83 ^a (± 0.40)
GP-BF18 10%/BCS	0.63 ^a (± 0.18)
GP/AHP	1.93 ^b (± 0.64)
GP-BF18 5%/AHP	2.71 ^c (± 0.53)
GP-BF18 10%/AHP	2.49 ^b (± 0.72)

Grupos com letras diferentes indicam diferença estatisticamente significativa ($P < .05$).

GP - guta-percha; BCS - Bio-C Sealer; BF18 - Biovidro F18; AHP - AH Plus.

Fonte: Elaboração própria.

Tabela 4 - Porcentagem (%) dos modos de falha observados em cada grupo experimental após o teste de tração

Tipo de falha	GP/BCS	GP-BF18 5%/BCS	GP-BF18 10%/BCS	GP/AHP	GP-BF18 5%/AHP	GP-BF18 10%/AHP
Adesiva	80	100	100	100	66.6	66.6
Coesiva	-	-	-	-	-	-
Mista	20	-	-	-	33.3	33.3

Fonte: Elaboração própria.

Discussão

A hipótese nula foi parcialmente aceita uma vez que o revestimento da GP com BF18 não aumentou a resistência de união com o cimento Bio-C Sealer. Por outro lado, GP com BF18 aumentou significativamente a resistência de união para o cimento AH Plus.

A análise em MEV demonstrou maior presença de cristais após revestimento da superfície da GP com BF18 nas concentrações de 5 e 10% e armazenamento em PBS durante 28 dias, sugestivo de bioatividade, pois é bem consolidado na literatura que a imersão em PBS simula um ambiente fisiológico. Foi também confirmado através da análise em MEV, que a técnica de *dip-coating* permite a formação de uma fina película de material bioativo sobre o substrato, concordando com outros estudos, onde superfícies de zircônia e titânio foram revestidas, melhorando suas propriedades adesivas e promovendo bioatividade (27–29). Outros estudos demonstram em *scaffolds*, a presença de cristais de hidroxiapatita através de MEV, assim como a forte relação entre a proporção dos componentes e o tamanho dos cristais formados (30).

Os resultados do presente estudo demonstram que GP revestida com Biovidro F18 a 5 e 10% não apresentou efeito sobre a resistência de união com

cimento biocerâmico pronto para uso Bio-C Sealer. Embora os resultados da microscopia eletrônica de varredura demonstrem deposição da solução de biovidro sobre a GP, aumento na adesão não foi demonstrada pelo teste de tração. Outros estudos demonstram não haver diferença entre a resistência de união da GP com EndoSequence BC Sealer e GP com AH Plus (31). Maior resistência de união de GP revestida com fosfato de cálcio e apatita foi observada para o cimento biocerâmico EndoSequence, quando comparada com outros tipos de GP associada ao mesmo cimento. Os menores valores observados no presente estudo para o teste de tração podem ser relacionados com uma menor adesão do revestimento de HPMC com Biovidro F18 à GP, o que é demonstrado pela prevalência de falha adesiva entre a superfície da GP e a camada interfacial Biovidro/cimento biocerâmico. Por outro lado, a adesão da GP ao cimento resinoso AH Plus foi significativamente maior quando tratada com Biovidro F18 a 5% e a 10%. Isso pode ser um indicador de interação química entre o veículo de hidroxipropilmetilcelulose (HPMC), solução para as partículas de BF18, com os componentes resinosos do cimento AH Plus.

O HPMC (Hidroxipropilmetilcelulose) é um polímero hidrofílico a base de celulose, que produz um filme aderido e flexível após a secagem (32). Em contato com cimento de construção, HPMC pode melhorar a resistência de união à tração (33). Também é amplamente utilizado como veículo na liberação gradativa de fármacos (34). Essa propriedade bioadesiva do HPMC é atribuída à presença de grupos funcionais -OH abundantes na molécula que podem formar ligações de hidrogênio com a água e outras moléculas de HPMC (35). O mecanismo de ação está relacionado com grupos metoxi e hidroxipropil das cadeias moleculares do HPMC que reagem com os íons Ca^{2+} e Al^{3+} do concreto para formar um gel viscoso e preencher os vazios internos. Esse mecanismo pode ser relacionado a possível interação dos grupos metoxi e hidroxipropil das cadeias moleculares do HPMC, com os componentes inorgânicos do cimento AH Plus. Apesar dessas propriedades, a prevalente falha adesiva sugere a necessidade de uma solução de revestimento que promova maior adesão com a GP mantendo potencial bioativo para o Biovidro F18.

A maioria dos estudos na literatura tem avaliado a resistência de união entre cimento obturador e dentina através do teste de *push-out*. No entanto, Carmona J. et

al, observaram que o deslocamento ocorre primeiro na interface GP-CO. Devido a isso que decidiu-se avaliar a resistência de união através do teste de tração.

O emprego de materiais bioativos associados à GP visa melhorar a interface e adesão à cimentos endodônticos. A imersão da guta-percha em solução de Tas-SBF (uma alternativa de SBF com concentração de bicarbonato exata a do plasma humano) por 10 dias promoveu maior resistência de união da guta-percha revestida com fosfato de cálcio e apatita ao cimento biocerâmico Endosequence BC Sealer (5). Guta-percha revestida com nanopartículas de quitosana carregadas de curcumina por meio de imersão durante 24h aumenta sua atividade antibacteriana (36). HPMC é também utilizado como espessante e adesivo. HPMC incorporado ao concreto de construção melhora a compactação do concreto, aumentando a resistência à tração (37).

Cabe salientar que a confirmada superfície porosa e rugosa do biovidro (38) pode contribuir com a formação de uma retenção micromecânica com o cimento resinoso AH Plus, que apresenta um maior escoamento em comparação com o cimento Bio-C Sealer, melhorando assim, a resistência de união por tração.

Conclusão

Apesar das limitações deste estudo, pode se concluir que o tratamento da guta-percha com Biovidro F18 aumenta a resistência de união a tração entre guta-percha e o cimento resinoso AH Plus. No entanto, mais pesquisas são necessárias para entender o mecanismo de ação sobre esses cimentos.

Referencias

1. Schilder H, Hargreaves KM. Filling root canals in three dimensions. 1967. *J Endod.* 2006;32(4):281–90.
2. Retana-Lobo C, Tanomaru-Filho M, Guerreiro-Tanomaru JM, Benavides-García M, Hernández-Meza E, Reyes-Carmona J. Push-Out Bond Strength, Characterization, and Ion Release of Premixed and Powder-Liquid Bioceramic Sealers with or without Gutta-Percha. Ardelean LC, editor. *Scanning*. 2021 May 6;2021:1–12.
3. Panwar D, Sidhu K, Bhushan J, Kakkar V, Mehta M, Sharma J. Evaluation of antimicrobial efficacy of nanocurcumin-coated gutta-percha against *Enterococcus faecalis*: An in vitro study. *J Conserv Dent.* 2023 Mar 1;26(2):160–4.
4. Jain VM, Karibasappa GN, Dodamani AS, Vishwakarm PK, Mali GV. Comparative Assessment of Antimicrobial Efficacy of Different Antibiotic Coated Gutta-Percha Cones on *Enterococcus faecalis* An Invitro Study. *J Clin Diagn Res.* 2016 Sep 1;10(9):ZC65–8.
5. Al-Haddad AY, Kutty MG, Che Ab Aziz ZA. Push-Out Bond Strength of Experimental Apatite Calcium Phosphate Based Coated Gutta-Percha. *Int J Biomater.* 2018 Aug 1;2018:1–5. (Ref correta: Physicochemical Properties of Calcium Phosphate Based Coating on Gutta-Percha Root Canal Filling.)
6. Ferreira I, Lopes C, Rodrigues MS, Rodrigues P V., Castro C, Braga AC, et al. Functionalization of gutta-percha surfaces with argon and oxygen plasma treatments to enhance adhesiveness. *Sci Rep.* 2023 Dec 1;13(1).
7. Sampaio RF, Carvalho CN, Bradaschia-Correa V, Gonçalves BLL, Arana-Chavez V, Carvalho APL de et al. Apical Sealing and Bioactivity of an Experimental Gutta-Percha Containing Niobium Phosphate Bioglass. *Polymers (Basel).* 2023 Apr 1;15(7).
8. De-Deus G, Santos GO, Monteiro IZ, Cavalcante DM, Simões-Carvalho M, Belladonna FG, et al. Micro-CT assessment of gap-containing areas along the gutta-percha-sealer interface in oval-shaped canals. *Int Endod J.* 2022 Jul 1;55(7):795–807.
9. Eltair M, Pitchika V, Hickel R, Kühnisch J, Diegritz C. Evaluation of the interface between gutta-percha and two types of sealers using scanning electron microscopy (SEM). *Clin Oral Investig.* 2018 May 1 ;22(4):1631–9.
10. Wolf M, Küpper K, Reimann S, Bourauel C, Frentzen M. 3D analyses of interface voids in root canals filled with different sealer materials in combination with warm gutta-percha technique. *Clin Oral Investig.* 2014 Jan;18(1):155–61.
11. Tay FR, Loushine RJ, Monticelli F, Weller RN, Breschi L, Ferrari M, et al. Effectiveness of resin-coated gutta-percha cones and a dual-cured, hydrophilic methacrylate resin-based sealer in obturating root canals. *J Endod.* 2005;31(9):659–64.
12. Souza MT, Campanini LA, Chinaglia CR, Peitl O, Zanotto ED, Souza CWO. Broad-spectrum bactericidal activity of a new bioactive grafting material (F18) against clinically important bacterial strains. *Int J Antimicrob Agents.* 2017 Dec;50(6):730–3.

13. Marques DM, Oliveira V de C, Souza MT, Zanotto ED, Issa JPM, Watanabe E. Biomaterials for orthopedics: anti-biofilm activity of a new bioactive glass coating on titanium implants. *Biofouling*. 2020 Feb 7;36(2):234–44.
14. Soares PBF, Moura CCG, Chinaglia CR, Zanotto ED, Zanetta-Barbosa D, Stavropoulos A. Effect of titanium surface functionalization with bioactive glass on osseointegration: An experimental study in dogs. *Clin Oral Implants Res*. 2018 Nov 1 ;29(11):1120–5.
15. de Paula K dos S, dos Reis-Prado AH, de Jesus WP, Goto J, de Arantes LC, Verçosa M, et al. Final irrigation with bioglass solution in regenerative endodontic procedure induces tissue formation inside the root canals, collagen maturation, proliferation cell and presence of osteocalcin. *Int Endod J*. 2024
16. Zhang D, Leppäranta O, Munukka E, Ylänen H, Viljanen MK, Eerola E, et al. Antibacterial effects and dissolution behavior of six bioactive glasses. *J Biomed Mater Res A*. 2010 May 6;93A(2):475–83.
17. de Camargo RV, Silva-Sousa YTC, da Rosa RPF, Mazzi-Chaves JF, Lopes FC, Steier L, et al. Evaluation of the physicochemical properties of silicone- and epoxy resin-based root canal sealers. *Braz Oral Res*. 2017;31:1–9.
18. Teixeira CS, Alfredo E, De Camargo Thomé LH, Gariba-Silva R, Silva-Sousa YTC, Sousa-Neto MD. Adhesion of an endodontic sealer to dentin and gutta-percha: shear and push-out bond strength measurements and SEM analysis. *J Appl Oral Sci*. 2009;17(2):129–35.
19. Tagger M, Tagger E, Tjan AHL, Bakland LK. Shearing bond strength of endodontic sealers to gutta-percha. *J Endod*. 2003 Mar;29(3):191–3
20. Ungor M, Onay EO, Orucoglu H. Push-out bond strengths: the Epiphany-Resilon endodontic obturation system compared with different pairings of Epiphany, Resilon, AH Plus and gutta-percha. *Int Endod J*. 2006 Aug;39(8):643–7.
21. Loushine BA, Bryan TE, Looney SW, Gillen BM, Loushine RJ, Weller RN, et al. Setting Properties and Cytotoxicity Evaluation of a Premixed Bioceramic Root Canal Sealer. *J Endod*. 2011 May 1;37(5):673–7.
22. Zhang H, Shen Y, Ruse ND, Haapasalo M. Antibacterial Activity of Endodontic Sealers by Modified Direct Contact Test Against *Enterococcus faecalis*. *J Endod*. 2009 Jul;35(7):1051–5.
23. Reyes-Carmona JF, Felipe MS, Felipe WT. The biomineralization ability of mineral trioxide aggregate and Portland cement on dentin enhances the push-out strength. *J Endod*. 2010 Feb;36(2):286–91.
24. Portella FF, Santos PD, Lima GB, Leitune VCB, Petzhold CL, Collares FM, et al. Synthesis and characterization of a glycerol salicylate resin for bioactive root canal sealers. *Int Endod J*. 2014 Apr;47(4):339–45.
25. Souza MT, Peitl O, Zanotto ED, Boccaccini AR. Novel Double-Layered Conduit Containing Highly Bioactive Glass Fibers for Potential Nerve Guide Application. *Int J Appl Glass Sci*. 2016 Jun 1;7(2):183–94.

26. Guarve K, Kriplani P. HPMC- A Marvel Polymer for Pharmaceutical Industry-Patent Review. *Recent Adv Drug Deliv Formul.* 2021;15(1):46–58.
27. Naveas N, Naveas N, Manso-Silván M, Pulido R, Pulido R, Agulló-Rueda F, et al. Fabrication and characterization of nanostructured porous silicon-silver composite layers by cyclic deposition: dip-coating vs spin-coating. *Nanotechnology.* 2020 Sep 4;31(36).
28. Su Z, Li M, Zhang L, Wang C, Zhang L, Xu J, et al. A novel porous silica-zirconia coating for improving bond performance of dental zirconia. *J Zhejiang Univ Sci B.* 2021 Mar 1;22(3):214–22.
29. Li B, Xia X, Guo M, Jiang Y, Li Y, Zhang Z, et al. Biological and antibacterial properties of the micro-nanostructured hydroxyapatite/chitosan coating on titanium. *Sci Rep.* 2019 Dec 1;9(1).
30. Ebrahimi S, Sipaut CS. Synthesis of Hydroxyapatite/Bioglass Composite Nanopowder Using Design of Experiments. *Nanomaterials (Basel).* 2022 Jul 1;12(13).
31. Shokouhinejad N, Gorjestani H, Nasseh AA, Hoseini A, Mohammadi M, Shamshiri AR. Push-out bond strength of gutta-percha with a new bioceramic sealer in the presence or absence of smear layer. *Aust Endod J.* 2013 Dec;39(3):102–6.
32. Noval N, Rosyifa R, Annisa A. Effect of HPMC Concentration Variation as Gelling Agent on Physical Stability of Formulation Gel Ethanol Extract Bundung Plants (*Actinuscirpus Grossus*). In: *Proceedings of the Proceedings of the First National Seminar Universitas Sari Mulia, NS-UNISM 2019, 23rd November 2019, Banjarmasin, South Kalimantan, Indonesia.* EAI; 2020.
33. Kotowiezy LAM, Pereira E, Silva IJ, Costa MRMM, Trentin PO, Medeiros-Junior RA. Tensile bond strength of adhesive mortars with hydroxypropyl methyl cellulose and vinyl acetate-ethylene polymers after thermal storage. *An Acad Bras Cienc.* 2023;95(3).
34. Ghorpade VS, Yadav AV, Dias RJ. Citric acid crosslinked cyclodextrin/hydroxypropylmethylcellulose hydrogel films for hydrophobic drug delivery. *Int J Biol Macromol.* 2016 Dec 1;93:75–86.
35. Abdul Rasool BK, Mohammed AA, Salem YY. The optimization of a dimenhydrinate transdermal patch formulation based on the quantitative analysis of in vitro release data by DDSolver through skin penetration studies. *Sci Pharm.* 2021 Sep 1;89(3):33.
36. Sharma J, Panwar D, Bhushan J, Mehta M, Sidhu K, Jhamb S, et al. An in vitro evaluation of antibacterial effect of curcumin-loaded chitosan nanoparticle-coated gutta-percha against *Staphylococcus aureus*. *Journal of conservative dentistry and endodontics.* 2023;26(5):560–3.
37. Gu X, Li X, Zhang W, Gao Y, Kong Y, Liu J, et al. Effects of HPMC on Workability and Mechanical Properties of Concrete Using Iron Tailings as Aggregates. *Materials* 2021, Vol 14, Page 6451. 2021 Oct 27;14(21):6451.
38. Silva MJ Da, Alves W, Graeff CFDO, D’Alpino PHP. Modified Synthesis and Physicochemical Characterization of a Bioglass-Based Composite for Guided Bone Regeneration. *Scientific World Journal.* 2021;2021.

4 DISCUSSÃO

A hipótese nula foi parcialmente aceita uma vez que o revestimento da GP com BF18 não aumentou a resistência de união com o cimento Bio-C Sealer. Por outro lado, GP com BF18 aumentou significativamente a resistência de união para o cimento AH Plus.

A análise em MEV demonstrou maior presença de cristais após revestimento da superfície da GP com BF18 nas concentrações de 5 e 10% e armazenamento em PBS durante 28 dias, sugestivo de bioatividade, após imersão em PBS que simula um ambiente fisiológico. Foi também confirmado através da análise em MEV, que a técnica de *dip-coating* permite a formação de uma fina película de material bioativo sobre o substrato, concordando com outros estudos, em que superfícies de zircônia e titânio também foram revestidas, melhorando suas propriedades adesivas e promovendo bioatividade²⁷⁻²⁹. Outros estudos demonstram em *scaffolds*, a presença de cristais de hidroxiapatita através de MEV, assim como a forte relação entre a proporção dos componentes e o tamanho dos cristais formados⁵⁰.

Os resultados do presente estudo demonstram que GP revestida com Biovidro F18 a 5 e 10% não apresentou efeito sobre a resistência de união com cimento biocerâmico pronto para uso Bio-C Sealer. Embora os resultados da microscopia eletrônica de varredura demonstrem deposição da solução de biovidro sobre a GP, aumento na adesão não foi demonstrada pelo teste de tração. Outros estudos demonstram não haver diferença entre a resistência de união da GP com EndoSequence BC Sealer e GP com AH Plus⁵¹. Por outro lado, autores observaram maior resistência de união de GP revestida com fosfato de cálcio e apatita ao cimento biocerâmico EndoSequence, quando comparada com outros tipos de GP tratada associada ao mesmo cimento. Os menores valores observados no presente estudo para o teste de tração podem ser relacionados com uma menor adesão do revestimento de HPMC com Biovidro F18 à GP, o que é demonstrado pela prevalência de falha adesiva entre a superfície da GP e a camada interfacial Biovidro/cimento biocerâmico. Por outro lado, a adesão da GP ao cimento resinoso AH Plus foi significativamente maior quando tratada com Biovidro F18 a 5% e a 10%. Isso pode ser um indicador de interação química entre o veículo de

hidroxipropilmetilcelulose (HPMC), solução para as partículas de BF18, com os componentes resinosos do cimento AH Plus.

O HPMC é um polímero hidrofílico a base de celulose, que produz um filme aderido e flexível após a secagem⁵². Em contato com cimento de construção, HPMC pode melhorar a resistência de união à tração⁵³. Também é amplamente utilizado como veículo na liberação gradativa de fármacos⁵⁴. Essa propriedade bioadesiva do HPMC é atribuída à presença de grupos funcionais -OH abundantes na molécula que podem formar ligações de hidrogênio com a água e outras moléculas de HPMC⁵⁵. O mecanismo de ação está relacionado com grupos metoxi e hidroxipropil das cadeias moleculares do HPMC que reagem com os íons Ca^{2+} e Al^{3+} do concreto para formar um gel viscoso e preencher os vazios internos. Esse mecanismo pode ser relacionado a possível interação dos grupos metoxi e hidroxipropil das cadeias moleculares do HPMC, com os componentes inorgânicos do cimento AH Plus. Apesar dessas propriedades, a prevalente falha adesiva sugere a necessidade de solução de revestimento que promova maior adesão com a GP mantendo potencial bioativo para o Biovidro F18.

A maioria dos estudos na literatura tem avaliado a resistência de união entre cimento obturador e dentina através do teste de *push-out*. No entanto, Carmona J. et al, observaram que o deslocamento ocorre primeiro na interface GP-CO. Devido a isso que decidiu-se avaliar a resistência de união através do teste de tração.

O emprego de materiais bioativos associados à GP visa melhor interface e adesão à cimentos endodônticos. A imersão da guta-percha em solução de Tas-SBF (uma alternativa de SBF com concentração de bicarbonato exata a do plasma humano) por 10 dias promoveu maior resistência de união da guta-percha revestida com fosfato de cálcio e apatita ao cimento biocerâmico Endosequence BC Sealer⁵⁶. Guta-percha revestida com nanopartículas de quitosana carregadas de curcumina por meio de imersão durante 24h aumenta sua atividade antibacteriana⁵⁷.

Cabe salientar que a confirmada superfície porosa e rugosa do biovidro⁵⁹ pode ter contribuído com a formação de uma retenção micromecânica com o cimento resinoso AH Plus, que apresenta um maior escoamento em comparação com o cimento Bio-C Sealer, melhorando assim, a resistência de união por tração.

5 CONCLUSÃO

Apesar das limitações deste estudo, pode se concluir que o tratamento da guta-percha com Biovidro F18 aumenta a resistência de união a tração entre guta-percha e o cimento resinoso AH Plus. No entanto, mais pesquisas são necessárias para entender o mecanismo de ação sobre esses cimentos.

REFERÊNCIAS

1. Özata F, Erdilek N, Tezel H. A comparative scalability study of different retrofitting materials. *Int Endod J*. 1993; 26(4): 241–5.
2. Torabinejad M, Watson TF, Pitt Ford TR. Sealing ability of a mineral trioxide aggregate when used as a root end filling material. *J Endod*. 1993; 19(12): 591–5.
3. Mulyar S, Shameem KA, Thankachan RP, Francis PG, Jayapalan CS, Hafiz KAA. Microleakage in endodontics. *J Int Oral Health*. 2014; 6(6): 99–104.
4. Vertuan GC, Duarte MAH, Moraes IG de, Piazza B, Vasconcelos B de C, Alcalde MP et al. Evaluation of Physicochemical Properties of a New Root Canal Sealer. *J Endod*. 2018; 44(3): 501–5.
5. Gandolfi MG, Parrilli AP, Fini M, Prati C, Dummer PMH. 3D micro-CT analysis of the interface voids associated with Thermafil root fillings used with AH Plus or a flowable MTA sealer. *Int Endod J*. 2013; 46(3): 253–63.
6. Viapiana R, Moinezhadeh AT, Camilleri L, Wesselink PR, 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(8): 774–82.
7. Pedullà E, Abiad RS, Conte G, La Rosa GRM, Rapisarda E, Neelakantan P. Root fillings with a matched-taper single cone and two calcium silicate-based sealers: an analysis of voids using micro-computed tomography. *Clin Oral Investig*. 2020; 24(12): 4487–92.
8. Moinezhadeh AT, Zerbst W, Boutsoukis C, Shemesh H, Zaslansky P. Porosity distribution in root canals filled with gutta percha and calcium silicate cement. *Dental Materials*. 2015 Sep; 31(9): 1100–8.
9. Kim S, Kim S, Park JW, Jung IY, Shin SJ. Comparison of the Percentage of Voids in the Canal Filling of a Calcium Silicate-Based Sealer and Gutta Percha Cones Using Two Obturation Techniques. *Materials*. 2017; 10(10): 1170.
10. Kim JA, Hwang YC, Rosa V, Yu MK, Lee KW, Min KS. Root Canal Filling Quality of a Premixed Calcium Silicate Endodontic Sealer Applied Using Gutta-percha Cone-mediated Ultrasonic Activation. *J Endod*. 2018; 44(1): 133–8.
11. De-Deus G, Santos GO, Monteiro IZ, Cavalcante DM, Simões-Carvalho M, Belladonna FG et al. Micro-CT assessment of gap-containing areas along the gutta-percha-sealer interface in oval-shaped canals. *Int Endod J*. 2022; 55(7): 795–807.
12. Zhang W, Li Z, Peng B. Effects of iRoot SP on mineralization-related genes expression in MG63 cells. *J Endod*. 2010; 36(12): 1978–82.
13. Zare S, Shen I, Zhu Q, Ahn C, Primus C, Komabayashi T. Micro-computed tomographic evaluation of single-cone obturation with three sealers. *Restor Dent Endod*. 2021; 46(2).
14. de Camargo RV, Silva-Sousa YTC, da Rosa RPF, Mazzi-Chaves JF, Lopes FC, Steier L et al. Evaluation of the physicochemical properties of silicone- and epoxy resin-based root canal sealers. *Braz Oral Res*. 2017; 31: 1–9.

15. Teixeira CS, Alfredo E, De Camargo Thomé LH, Gariba-Silva R, Silva-Sousa YTC, Sousa-Neto MD. Adhesion of an endodontic sealer to dentin and gutta-percha: shear and push-out bond strength measurements and SEM analysis. *J Appl Oral Sci.* 2009; 17(2): 129–35.
16. Tagger M, Tagger E, Tjan AHL, Bakland LK. Shearing bond strength of endodontic sealers to gutta-percha. *J Endod.* 2003; 29(3): 191–3.
17. Ungor M, Onay EO, Orucoglu H. Push-out bond strengths: the Epiphany-Resilon endodontic obturation system compared with different pairings of Epiphany, Resilon, AH Plus and gutta-percha. *Int Endod J.* 2006; 39(8): 643–7.
18. Lee BN, Hong JU, Kim SM, Jang JH, Chang HS, Hwang YC et al. Anti-inflammatory and Osteogenic Effects of Calcium Silicate-based Root Canal Sealers. *J Endod.* 2019; 45(1): 73–8.
19. Giacomino CM, Wealleans JA, Kuhn N, Diogenes A. Comparative Biocompatibility and Osteogenic Potential of Two Bioceramic Sealers. *J Endod.* 2019; 45(1): 51–6.
20. Zordan-Bronzel CL, Esteves Torres FF, Tanomaru-Filho M, Chávez-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.
21. Arikatla SK, Chalasan U, Mandava J, Yelisela RK. Interfacial adaptation and penetration depth of bioceramic endodontic sealers. *J Conserv Dent.* 2018; 21(4): 373–7.
22. Wang Y, Liu S, Dong Y. In vitro study of dentinal tubule penetration and filling quality of bioceramic sealer. *PLoS One.* 2018; 13(2).
23. Al-Haddad A, Aziz ZACA. Bioceramic-Based Root Canal Sealers: A Review. *Int J Biomater.* 2016; 2016: 1–10.
24. Quaresma SAL, Alves dos Santos GN, Silva-Sousa AC, Camargo RV, Silva-Sousa YT, Lopes-Olhê FC, et al. Influence of bioceramic cones on the quality of root canal filling relative to bond strength and adaptation of the adhesive interface. *Clin Oral Investig.* 2023; 27(12): 7919–33.
25. Eltair M, Pitchika V, Hickel R, Kühnisch J, Diegritz C. Evaluation of the interface between gutta-percha and two types of sealers using scanning electron microscopy (SEM). *Clin Oral Investig.* 2018; 22(4): 1631–9.
26. Yücel AÇ, Çiftçi A. Effects of different root canal obturation techniques on bacterial penetration. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod.* 2006; 102(4).
27. Zhang L, Chen Z. Bioactive materials in endodontics. *Zhonghua Kou Qiang Yi Xue Za Zhi.* 2022; 57(1): 31–7.
28. Loushine BA, Bryan TE, Looney SW, Gillen BM, Loushine RJ, Weller RN et al. Setting Properties and Cytotoxicity Evaluation of a Premixed Bioceramic Root Canal Sealer. *J Endod.* 2011; 37(5): 673–7.
29. Zhang H, Shen Y, Ruse ND, Haapasalo M. Antibacterial Activity of Endodontic Sealers by Modified Direct Contact Test Against *Enterococcus faecalis*. *J Endod.* 2009; 35(7): 1051–5.

30. Reyes-Carmona JF, Felipe MS, Felipe WT. The biomineralization ability of mineral trioxide aggregate and Portland cement on dentin enhances the push-out strength. *J Endod*. 2010; 36(2): 286–91.
31. Portella FF, Santos PD, Lima GB, Leitune VCB, Petzhold CL, Collares FM, et al. Synthesis and characterization of a glycerol salicylate resin for bioactive root canal sealers. *Int Endod J*. 2014; 47(4): 339–45.
32. Urban K, Neuhaus J, Donnermeyer D, Schäfer E, Dammaschke T. Solubility and pH Value of 3 Different Root Canal Sealers: A Long-term Investigation. *J Endod*. 2018; 44(11): 1736–40.
33. Williamson A, Dawson D, Drake D, Walton R, Rivera E. Effect of Root Canal Filling/Sealer Systems on Apical Endotoxin Penetration: A Coronal Leakage Evaluation. *J Endod*. 2005; 31(8): 599–604.
34. Camilleri J, Grech L, Galea K, Keir D, Fenech M, Formosa L, et al. Porosity and root dentine to material interface assessment of calcium silicate-based root-end filling materials. *Clin Oral Investig*. 2014; 18(5): 1437–46.
35. Orstavik D. Materials used for root canal obturation: technical, biological and clinical testing. *Endod Topics*. 2005 Nov; 12(1): 25–38.
36. Maniglia-Ferreira C, Silva JBA, de Paula RCM, Feitosa JPA, Cortez DGN, Zaia AA, et al. Brazilian gutta-percha points. Part I: chemical composition and X-ray diffraction analysis. *Braz Oral Res*. 2005; 19(3): 193–7.
37. Salvia ACRD, Teodoro GR, Balducci I, Koga-Ito CY, de Oliveira SHG. Effectiveness of 2% peracetic acid for the disinfection of gutta-percha cones. *Braz Oral Res*. 2011; 25(1): 23–7.
38. Retana-Lobo C, Tanomaru-Filho M, Guerreiro-Tanomaru JM, Benavides-García M, Hernández-Meza E, Reyes-Carmona J. Push-Out Bond Strength, Characterization, and Ion Release of Premixed and Powder-Liquid Bioceramic Sealers with or without Gutta-Percha. Ardelean LC, editor. *Scanning*. 2021; 2021: 1–12.
39. Hench LL. The story of Bioglass®. *J Mater Sci Mater Med*. 2006; 17(11): 967–78.
40. Zhang D, Leppäranta O, Munukka E, Ylänen H, Viljanen MK, Eerola E, et al. Antibacterial effects and dissolution behavior of six bioactive glasses. *J Biomed Mater Res A*. 2009; 9999A: NA-NA.
41. Moura D, Souza MT, Liverani L, Rella G, Luz GM, Mano JF, et al. Development of a bioactive glass-polymer composite for wound healing applications. *Materials Science and Engineering*. 2017; 76: 224–32.
42. Souza MT, Campanini LA, Chinaglia CR, Peitl O, Zanotto ED, Souza CWO. Broad-spectrum bactericidal activity of a new bioactive grafting material (F18) against clinically important bacterial strains. *Int J Antimicrob Agents*. 2017; 50(6): 730–3.
43. Herrera MA, Sirviö JA, Mathew AP, Oksman K. Environmental friendly and sustainable gas barrier on porous materials: Nanocellulose coatings prepared using spin- and dip-coating. *Mater Des*. 2016; 93: 19–25.
44. Lacefield WR. Hydroxyapatite Coatings. *Ann N Y Acad Sci*. 1988; 523: 72–80.

45. Soares PBF, Moura CCG, Chinaglia CR, Zanotto ED, Zanetta-Barbosa D, Stavropoulos A. Effect of titanium surface functionalization with bioactive glass on osseointegration: An experimental study in dogs. *Clin Oral Implants Res.* 2018; 29(11): 1120–5.
46. Ürkmez EŞ, Pinar Erdem A. Bioactivity evaluation of calcium silicate-based endodontic materials used for apexification. *Australian Endodontic Journal.* 2020; 46(1): 60–7.
47. Naveas N, Naveas N, Manso-Silván M, Pulido R, Pulido R, Agulló-Rueda F et al. Fabrication and characterization of nanostructured porous silicon-silver composite layers by cyclic deposition: dip-coating vs spin-coating. *Nanotechnology.* 2020; 31(36).
48. Su Z, Li M, Zhang L, Wang C, Zhang L, Xu J, et al. A novel porous silica-zirconia coating for improving bond performance of dental zirconia. *J Zhejiang Univ Sci B.* 2021; 22(3): 214–22.
49. Li B, Xia X, Guo M, Jiang Y, Li Y, Zhang Z, et al. Biological and antibacterial properties of the micro-nanostructured hydroxyapatite/chitosan coating on titanium. *Sci Rep.* 2019; 9(1).
50. Ebrahimi S, Sipaut CS. Synthesis of Hydroxyapatite/Bioglass Composite Nanopowder Using Design of Experiments. *Nanomaterials.* 2022; 12(13).
51. Shokouhinejad N, Gorjestani H, Nasseh AA, Hoseini A, Mohammadi M, Shamshiri AR. Push-out bond strength of gutta-percha with a new bioceramic sealer in the presence or absence of smear layer. *Aust Endod J.* 2013; 39(3): 102–6.
52. Noval N, Rosyifa R, Annisa A. Effect of HPMC Concentration Variation as Gelling Agent on Physical Stability of Formulation Gel Ethanol Extract Bundung Plants (*Actinuscirpus Grossus*). 2020;
53. Kotoviezy LAM, Pereira E, Silva IJ, Costa MRMM, Trentin PO, Medeiros-Junior RA. Tensile bond strength of adhesive mortars with hydroxypropyl methyl cellulose and vinyl acetate-ethylene polymers after thermal storage. *An Acad Bras Cienc.* 2023; 95(3).
54. Ghorpade VS, Yadav AV, Dias RJ. Citric acid crosslinked cyclodextrin/hydroxypropylmethylcellulose hydrogel films for hydrophobic drug delivery. *Int J Biol Macromol.* 2016; 93: 75–86.
55. Abdul Rasool BK, Mohammed AA, Salem YY. The optimization of a dimenhydrinate transdermal patch formulation based on the quantitative analysis of in vitro release data by DDSolver through skin penetration studies. *Sci Pharm.* 2021; 89(3): 33.
56. Al-Haddad AY, Kutty MG, Che Ab Aziz ZA. Push-Out Bond Strength of Experimental Apatite Calcium Phosphate Based Coated Gutta-Percha. *Int J Biomater.* 2018; 2018.
57. Sharma J, Panwar D, Bhushan J, Mehta M, Sidhu K, Jhamb S, et al. An in vitro evaluation of antibacterial effect of curcumin-loaded chitosan nanoparticle-coated gutta-percha against *Staphylococcus aureus*. *Journal of conservative dentistry and endodontics.* 2023; 26(5): 560–3.
58. Gu X, Li X, Zhang W, Gao Y, Kong Y, Liu J, et al. Effects of HPMC on Workability and Mechanical Properties of Concrete Using Iron Tailings as Aggregates. *Materials.* 2021; 14(21): 6451.
59. Silva MJ Da, Alves W, Graeff CFDO, D'Alpino PHP. Modified Synthesis and Physicochemical Characterization of a Bioglass-Based Composite for Guided Bone Regeneration. *Scientific World Journal.* 2021; 2021.

APÊNDICE A - METODOLOGIA EXPANDIDA

Os cimentos endodônticos usados neste estudo, seus respectivos fabricantes, composições e proporções estão descritos na tabela 1.

Tabela 1 - Materiais, fabricantes, composições e proporções utilizadas

Material	Fabricante	Composição	Proporção
Biovidro F18	VETRA, Ribeirão Preto, SP, Brasil	SiO ₂ -CaO-Na ₂ O-MgO-K ₂ O-P ₂ O ₅ -B ₂ O ₃	-
Guta-percha	Tanariman Ind. Ltda, Macapuru, Amazonas, Brasil	Guta-percha 15.2%, cera/resina 2.9%, óxido de zinco 81.9%	-
AH Plus	Dentsply DeTrey GmbH, Konstanz, Alemanha	Resina epóxi de bisfenol-A, resina epóxi de bisfenol-F, tungstato de cálcio, óxido de zircônio, sílica, pigmentos de óxido de ferro, dibenzildiamina, amino adamantano, óleo de silicone	1 g:1 g (pasta/pasta)
Bio-C Sealer	Angelus, Londrina, PR, Brasil	Silicatos de cálcio, aluminato de cálcio, óxido de cálcio, óxido de zircônio, óxido de ferro, dióxido de silício, agente dispersante	Pronto para uso

Fonte: Elaboração própria.

Discos de GP foram avaliados sem tratamento ou tratados com BF18 a través da técnica de *dip-coating* (revestimento) nas seguintes concentrações: 2,5%, 5% e 10%.

O tamanho amostral foi determinado baseado em dados de um estudo anterior (Al-Haddad., et al 2018)¹, com efeito de 0,50, poder de 95% e um erro de 5% pelo software G*Power 3.1 para Windows. Considerando esses parâmetros estatísticos, foram constituídos grupos com mínimo de 12 discos por grupo experimental (tabela 2 e 3).

Tabela 2 – Grupos experimentais para teste de superfície e bioatividade.

	Técnica
GP	<i>Dip Coating</i>
GP-BF18 2,5%	<i>Dip Coating</i>
GP-BF18 5%	<i>Dip Coating</i>
GP-BF18 10%	<i>Dip Coating</i>

Fonte: Elaboração própria.

Tabela 3 – Grupos experimentais para teste de tração.

	Técnica
GP/BCS	<i>Dip Coating</i>
GP-BF18 5%/BCS	<i>Dip Coating</i>
GP-BF18 10%/BCS	<i>Dip Coating</i>
GP/AHP	<i>Dip Coating</i>
GP-BF18 5%/AHP	<i>Dip Coating</i>
GP-BF18 10%/AHP	<i>Dip Coating</i>

Fonte: Elaboração própria.

Revestimento (*dip-coating*) do Biovidro F18 à guta percha

Biovidro F18 ® (VETRA, Ribeirão Preto, São Paulo, Brasil) é um biomaterial derivado do Biovidro 45S5, com composição à base de sílica (45%), e fórmula química: $\text{SiO}_2\text{-CaO-Na}_2\text{O-MgO-K}_2\text{O-P}_2\text{O}_5\text{-B}_2\text{O}_3^2$. É confeccionado a partir de vários

reagentes minerais que são homogeneizados e fusionados em um forno elétrico a 1200°C/4 h em cadinho de platina. O vidro é vertido em água, depois seco em estufa (100°C/24 h) e submetido à moagem. Em seguida, o biovidro passa por etapas de moagem e peneiramento para obtenção de partículas menores que 25 µm.

A técnica de revestimento (dip-coating) da GP (Tanari Manacapuru, Amazonas, Brasil) com Biovidro F18 foi realizada nas concentrações (em peso-%) 2,5, 5 e 10%. Biovidro em pó foi diluído em uma solução polimérica semi-sintética, de liberação controlada, a base de Hidroxipropilmetilcelulose (HPMC, UFScar, São Carlos, SP) 0,05%³ com água destilada e álcool isopropílico (50:50), obtendo assim soluções de BF18 2,5%, 5% e 10%. As soluções foram agitadas num vórtex AP-56 (Phoenix Luferco LTDA, Araraquara, SP) na velocidade 1 (400 rpm), durante 1 minuto, para homogeneização. Discos de GP de 11 mm de diâmetro e 2 mm de espessura foram imersos na solução de Biovidro F18 por duas vezes de 10 segundos, e secagem intermediária de 20 segundos. Em seguida foram armazenados em placas de Petri, com tampa, em estufa a 37 C durante 72 horas.

Análise da superfície em MEV

Em discos de guta-percha (n=18) (Tanari Manacapuru, Amazonas, Brasil) com 11 mm de diâmetro e 2 mm de espessura, um orifício foi criado com sonda exploradora a 2 mm da borda. Posteriormente, um fio de nylon de 10 cm foi inserido e um nó foi realizado. Após, os discos foram descontaminados com uma gaze embebida em álcool 70. As soluções de Biovidro F18 foram preparadas e os discos foram imersos até a metade com Biovidro F18 (VETRA, Ribeirão Preto, São Paulo, Brasil), sendo distribuídos nos grupos experimentais: GP, GP-BF18 2.5%; GP-BF18 5% e GP-BF18 10%. Depois, da imersão, foram pendurados em uma base de plástico durante 24h. Em seguida, foram armazenados na estufa, a 37 C durante 28 dias. Finalmente, foram colocados no dessecador durante outros 28 dias. Os espécimes foram então metalizados com ouro e analisados em MEV (JEOL JSM-6610LV, Tóquio, Japão). As imagens obtidas foram submetidas a avaliação qualitativa, e classificadas de acordo com a quantidade de material observado na superfície da GP, utilizando os escores da tabela 2.

Tabela 2 - Classificação dos scores

Score 1	Discreta cobertura da guta-percha
Score 2	Biomaterial depositado recobrindo 25% da superfície
Score 3	biomaterial depositado recobrindo 50% da superfície
Score 4	biomaterial depositado recobrindo 75% da superfície
Score 5	biomaterial depositado recobrindo mais que 75% da superfície

Análise de potencial bioativo

Discos de guta-percha (GP) (n=18) (Tanari Manacapuru, Amazonas, Brasil) (n=15) de 11 mm de diâmetro e 2 mm de espessura foram classificados nos seguintes grupos experimentais: Guta-percha + água destilada (controle), Guta-percha + Biovidro F18 2,5%, Guta-percha + Biovidro 5% e Guta-percha + Biovidro 10%. Cada disco de GP foi imerso totalmente em uma das soluções de Biovidro F18 durante 2 períodos de 10 segundos, havendo um período intermediário de secagem de 20 segundos. Após tratamento, os discos de GP foram armazenados em uma placa de cultivo celular durante 72 horas. Após esse período, cada disco foi colocado em um tubo de plástico contendo 10 ml de PBS e levado na estufa durante 28 dias a 37°C. Finalizados os 28 dias, os discos de GP foram colocados no dessecador durante 28 dias e posteriormente, metalizados e analisados em MEV para avaliar a possível formação de cristais de hidroxiapatita na superfície.

Resistência de união por meio do Teste de Tração

Discos de cera de utilidade de 1 mm de espessura ($\pm 0,1$ mm) e 11 mm de diâmetro ($\pm 0,1$ mm) serão confeccionados utilizando uma forma de silicone pesada com as mesmas dimensões. Anéis de PVC de 2 mm de espessura ($\pm 0,1$ mm) e 15 mm de diâmetro interno ($\pm 0,1$ mm) serão confeccionados, vaselinados pela parte interna e posicionados firmemente sobre uma folha de cera de utilidade, sobre uma placa de vidro. Dentro de cada anel será colocado um disco de cera de utilidade e o

espaço restante será preenchido com resina automotiva para a confecção de um disco de resina com uma cavidade no meio, coberta pelo disco de cera. Após polimerização da resina automotiva (24 horas), os anéis de PVC serão deslocados do anel de resina automotiva e, utilizando um escavador de dentina, o disco de cera será removido. Os excessos e imperfeições do disco de resina automotiva serão removidos com disco diamantado, broca troncocônica de ponta inativa (3082), e polidos com lixa de água número 80, 400 e 600 nessa ordem. Uma gaze com álcool 70 será passada nas superfícies do disco de resina para remoção de resíduos. Um disco de GP de 11 mm de diâmetro e 2 mm de espessura será posicionado na cavidade de cada disco de resina, conferindo que ele não fique travado e nem totalmente solto. Após polimento e padronização das dimensões dos discos de resina automotiva, a cavidade do meio será preenchida com os cimentos: AH Plus Jet e Bio-C Sealer até as bordas, de forma uniforme, de acordo com grupos experimentais (Tabela 1). As concentrações de BF18 a 5% e 10% foram escolhidas para o teste em função da análise realizada em MEV. Sendo o Bio-C Sealer um cimento pronto para uso, a seringa aplicadora será posicionada dentro da cavidade central até o adequado preenchimento, levando cimento nas paredes utilizando a ponta da seringa (imagem 1).



Imagem 1- Preenchimento do disco de resina com cimento Bio-C Sealer

Fonte: Arquivo pessoal do autor.

Para o cimento AH Plus Jet, duas barras de cimento de 6 cm de comprimento serão colocada sobre uma placa de vidro e espatulada com espátula de cimento durante 20 segundos (até homogeneidade) (imagem 2). É importante desprezar as

partes com separação de componentes. Após isso, com ajuda de um calcador de Paiva, o material será levado na cavidade central para seu preenchimento completo (imagem 3).



Imagem 2 - Linhas de cimento AH Plus de 6 cm de comprimento sobre placa de vidro

Fonte: Arquivo pessoal do autor.



Imagem 3 - Preenchimento com cimento AH Plus e distribuição com calcador de Paiva

Fonte: Arquivo pessoal do autor.

Logo após preenchimento, um disco de guta-percha tratado com Biovidro F18 será colocado cuidadosamente em cima da superfície de cimento endodôntico, utilizando pinça clínica. O disco deve ser pego pelas bordas laterais e a superfície com biovidro (base superior) deve ser colocada em contato com o cimento. Após

colocação do disco de GP, uma leve pressão com a pinça clínica será realizada sobre o centro do disco para obter um contato uniforme do mesmo com o cimento endodôntico. É necessária a formação nítida de um anel de cimento ao redor do disco de GP (imagem 4).



Imagem 4 - Anel nítido de cimento ao redor do disco de GP

Fonte: Arquivo pessoal do autor.

O excesso de material que escoar para as laterais do disco de GP será removido cuidadosamente utilizando microbrush (sem pressão lateral sobre corpo de prova). Os discos preenchidos com AH Plus serão armazenados num recipiente com gazes umedecidas na base (umidade relativa) e levado para estufa a 37° C durante 24 horas. Já nos grupos do cimento Bio-C Sealer, as amostras serão inicialmente armazenadas num recipiente com gazes umedecidas na base e na superfície (umidade relativa) durante 24 horas (imagem 5). Após esse período, as amostras serão colocadas em potes de plástico com tampa, contendo 2 ml (12 gotas) de água destilada (umidade absoluta) e serão levados para estufa a 37° C durante 7 dias (imagem 6).

É importante pegar a amostra com pinça clínica no disco de resina e nunca no disco de GP para evitar deslocar o mesmo.



Imagem 5 - Armazenamento dos corpos de prova sobre umidade relativa

Fonte: Arquivo pessoal do autor.



Imagem 6 - Armazenamento dos corpos de prova sobre umidade absoluta

Fonte: Arquivo pessoal do autor.

Após este período, o conjunto foi montado em dispositivo idealizado para posicionamento na Máquina de testes mecânico e realização do teste de tração

(figura 1 e imagem 7). O disco de resina automotiva deve ser fixado firmemente, apertando o parafuso interno da base com uma chave *Allen*. A garra metálica deve ser parafusada na máquina de testes e ajustada para ficar em íntimo contato com o disco de GP. A resistência ao deslocamento foi avaliada, usando uma máquina de teste Emic DL 2000 com uma célula de carga de 1 kN operando a uma velocidade constante de 0,5 mm/min. Carga constante foi aplicada para avaliar o deslocamento do material obturador.

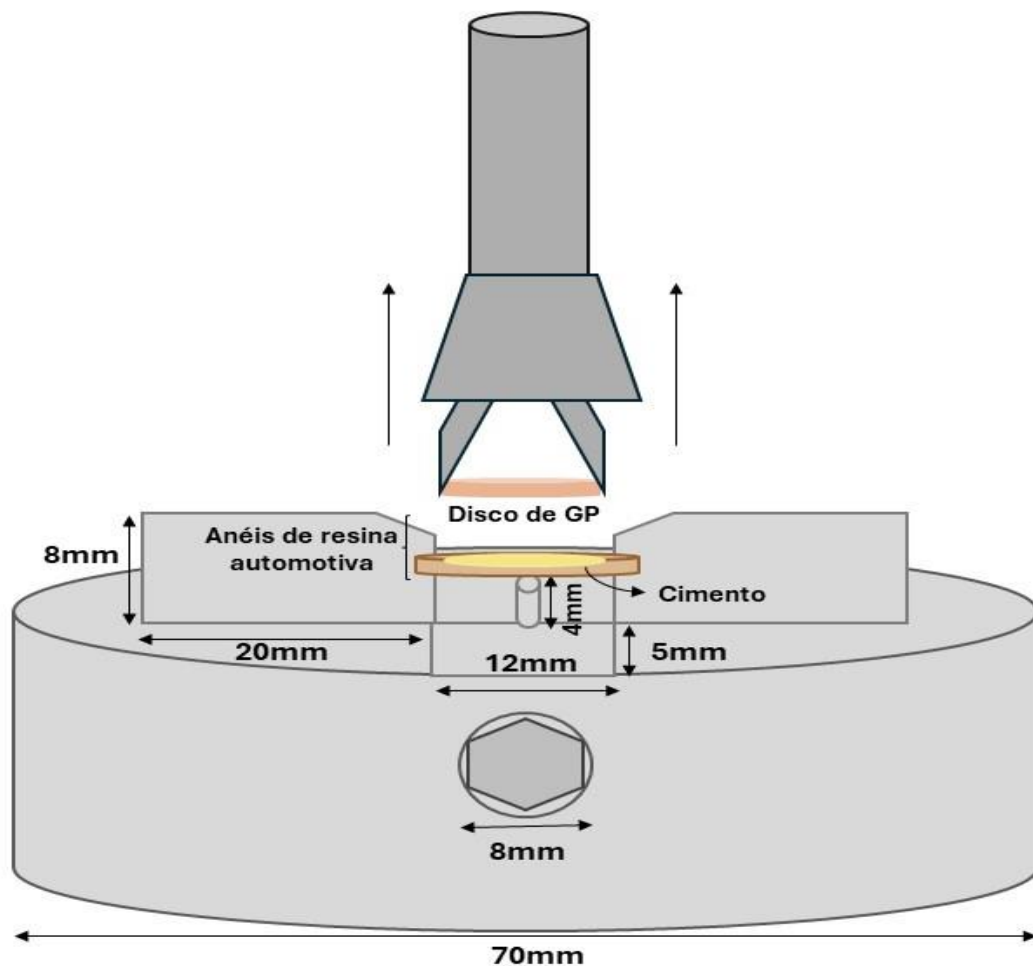


Figura 1 - Dispositivo desenhado para o teste de tração

Fonte: Arquivo pessoal do autor.



Imagem 7 - Dispositivo desenhado para o teste de tração

Fonte: Arquivo pessoal do autor.

A carga máxima foi registrada em Newton (N) e depois convertida para Megapascal (MPa) usando a seguinte fórmula: $MPa = N / A$; onde, N = carga máxima (N), A = área da superfície de união (mm^2). A área de superfície de união de cada amostra foi calculada como: $(\pi r_1 + \pi r_2) \times L$, onde $L = \sqrt{(r_1 - r_2)^2 + h^2}$; π é a constante 3.14, r_1 e r_2 são os raios menores e maiores do canal radicular, respectivamente, e h é a espessura de cada seção, em mm, medida com um paquímetro digital (Mitutoyo, Suzano, SP, Brasil).



Imagem 8 - Dispositivo para teste de tração

Fonte: Arquivo pessoal do autor.

Em seguida, foi realizada análise qualitativa em lupa estereoscópica, para avaliação do modo de falha, sendo classificados em adesivo (quando a superfície de GP estiver desprovida de cimento endodôntico), coesivo (quando remanescentes de cimento endodôntico forem observados na superfície da GP) ou misto (com ambos os padrões de falha).



Imagem 9 – Tipo de falha adesivo entre disco de GP e cimento AH Plus

Fonte: Arquivo pessoal do autor.



Imagem 10 – Tipo de falha misto entre disco de GP e cimento Bio-C Sealer

Fonte: Arquivo pessoal do autor.

O tamanho amostral foi calculado de acordo com efeito de 0,50, poder de 95% e um erro de 5% pelo software G*Power 3.1 para Windows, baseado no estudo de Viapiana et al.

Análise dos resultados

Os dados foram analisados por meio de análise de variância (ANOVA) e teste post hoc de Tukey com um nível de significância de 5% ($p < 0,05$).

REFERÊNCIAS

1. Al-Haddad AY, Kutty MG, Che Ab Aziz ZA. Push-Out Bond Strength of Experimental Apatite Calcium Phosphate Based Coated Gutta-Percha. *Int J Biomater*. 2018; 2018.
2. Souza MT, Peitl O, Zanotto ED, Boccaccini AR. Novel Double-Layered Conduit Containing Highly Bioactive Glass Fibers for Potential Nerve Guide Application. *Int J Appl Glass Sci*. 2016; 7(2): 183–94.
3. Guarve K, Kriplani P. HPMC- A Marvel Polymer for Pharmaceutical Industry-Patent Review. *Recent Adv Drug Deliv Formul*. 2021; 15(1): 46–58.

Não autorizo a publicação deste trabalho pelo prazo de 2 anos após a data de defesa (28 de março de 2026)

(Direitos de publicação reservado ao autor)

Araraquara, 28 de março de 2024

David Hernández Maldonado