

RESSALVA

Atendendo solicitação do autora, o
texto completo desta tese será
disponibilizado somente a partir de
25/03/2026.



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



Jéssica Arielli Pradelli

**Propriedades físico-química, resistência de união e atividade antibiofilme de
novos cimentos obturadores à base de silicato de tricálcio**

Araraquara
2024



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



Jéssica Arielli Pradelli

**Propriedades físico-química, resistência de união e atividade antibiofilme de
novos cimentos obturadores à base de silicato de tricálcio**

Tese apresentada à Universidade Estadual Paulista (UNESP), Faculdade de Odontologia, Araraquara, para obtenção do título de Doutora em Odontologia, na área de Endodontia.

**Orientadora: Profa. Dra. Juliane Maria
Guerreiro Tanomaru**

Araraquara

2024

P896p Pradelli, Jéssica Arielli
Propriedades físico-química, resistência de união e atividade antibiofilme de novos cimentos obturadores à base de silicato de tricálcio / Jéssica Arielli Pradelli. -- Araraquara, 2024
73 p.

Tese (doutorado) - Universidade Estadual Paulista (UNESP), Faculdade de Odontologia, Araraquara
Orientadora: Juliane Maria Guerreiro Tanomaru

1. Endodontia. 2. Materiais dentários. 3. Calcárea sílica. 4. Fenômenos químicos. 5. Enterococcus faecalis. 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.

Jéssica Arielli Pradelli

**Propriedades físico-química, resistência de união e atividade antibiofilme de
novos cimentos obturadores à base de silicato de tricálcio**

Comissão julgadora

Tese para obtenção do grau de doutora em endodontia

Presidente e Orientadora: Profa. Dra. Juliane Maria Guerreiro Tanomaru

2º Examinador: Profa. Dra. Renata Garcia Fonseca

3º Examinador: Prof. Dr. Norberto Batista de Faria Júnior

4º Examinador: Prof. Dr. Evandro Watanabe

Araraquara, 25 de março de 2024.

DADOS CURRICULARES

Jéssica Arielli Pradelli

NASCIMENTO: 27 de junho de 1991, em Araraquara, São Paulo, Brasil

FILIAÇÃO: Gisele Dejane Garcia
Luiz Marcelo Pradelli

2013 – 2017: Graduação em Odontologia, Faculdade de Odontologia de Araraquara, UNESP, Araraquara, SP

2018 – 2020: Especialização em Endodontia, Faculdade de Odontologia de Araraquara, UNESP, Araraquara, SP

2018 – 2020: Mestrado do Programa de Pós-Graduação em Odontologia – Área de Endodontia, Faculdade de Odontologia de Araraquara, UNESP, Araraquara, SP

2020 – Atual: Doutorado do Programa de Pós-Graduação em Odontologia – Área de Endodontia, Faculdade de Odontologia de Araraquara, UNESP, Araraquara, SP

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente à **DEUS** por me permitir seguir o caminho da sabedoria e por me dar saúde, disciplina e disposição para seguir os meus sonhos.

Agradeço à minha mãe, **Gisele DeJane Garcia**, por todo seu amor e abdicação, por estar sempre ao meu lado me guiando, me dando conselhos, força e por ter me mostrado que quais os reais valores da vida.

Agradeço ao meu pai, **Edson Akira Kusumoto**, por todo seu amor e dedicação, por ter me dado todas as oportunidades que tive na minha educação, na qual sem elas não estaria aqui nesse momento, e por ter me mostrado o verdadeiro amor necessário para ser um profissional da saúde.

Ao meu irmão **João Victor Kusumoto**, que sempre foi meu companheiro de vida e que sempre me faz dar boas risadas.

Ao meu namorado **Bruno Arruda Mascaro**, que me dá todo o suporte do dia a dia, amor e muita calma, que me ampara em todos os momentos e que me incentiva a ser sempre melhor.

À toda minha família, em especial minha tia **Gismara Rosene Garcia**, que sempre me incentivou e me ensinou a estudar, e que sempre foi exemplo de garra e vontade de estudar e mudar o futuro. À minha tia **Gislaine Luciane Garcia**, pelos incentivos, amor e carinho. À minha avó, **Edna Amador**, por todo o amor, dedicação, carinho e ensinamentos ao longo desses anos. A família que me adotou nos últimos oito anos, meus sogros, **Silvia Arruda Mascaro** e **Flávio Mascaro** e minha cunhada, **Laura Arruda Mascaro** por todos os momentos bons, carinho e apoio.

Agradeço à minha orientadora, **Profa. Dra. Juliane Maria Guerreiro Tanomaru**, por todas as oportunidades, por ter me aceitado como sua orientada e ter pegado na minha mão e me ensinado muito sobre a endodontia, microbiologia e sobre a vida, agradeço pela confiança no meu trabalho e em mim, pela sua enorme dedicação a carreira de docente e pela amizade que formamos nesses anos, sem tudo isso não seria possível esse trabalho e os demais desenvolvidos paralelamente.

Ao **Prof. Dr. Mário Tanomaru Filho** por todos os ensinamentos, incentivo e apoio, a sua dedicação, paciência e por ter me guiado nesses quatro anos para a busca da excelência não apenas na vida profissional.

Agradeço ao **Prof. Fábio Luiz Camargo Villela Berbert**, por ter aberto suas portas durante o meu mestrado, por ter me introduzido na pós-graduação e por toda

a base que me deu para que esse doutorado fosse possível. E aos professores **Prof. Dr. Idomeo Bonetti Filho, Prof. Dr. Renato Leonardo** e a **Profa. Dra. Gisele Faria**.

Agradeço aos meus amigos de pós-graduação, **Airton Oliveira Júnior, Karina Medina, Luiz Fernando Freitas, Mariana Mena Barreto Pivoto, Cristiane Zordan Bronzel, Maria Luiza Gioster, Igma Araújo, Luana Raphael, Larissa Braz Pontes Ramalho, Catarina Monteiro, Marcela Ramos, Pedro Fiorin, Pedro Rosim, Hernán Llerena, Victor Ochoa e David Maldonaro** pelo apoio, pelo compartilhamento de conhecimento e por todos os bons momentos. Em especial, agradeço as minhas companheiras **Fernanda Ferrari e Gissele M. Chávez**, por terem me ensinado tanto, com tanto carinho e dedicação.

Agradeço também as minhas amigas **Camila Soares e Evelin Silva**, por serem tão especiais, acolhedoras, prestativas e por se tornarem tão especiais, vocês moram no meu coração.

Sou muito grata aos meus alunos de iniciação científica **José Leandro Jampani e Felipe Camargo**, que me deram a oportunidade de ensiná-los o pouco que sei e de aprender muito com vocês sobre didática, paciência e orientação.

As irmãs que universidade me deu e que levarei para toda a vida **Madelise de Almeida, Ana Luísa Lopes Rabelo, Maria Luiza Monteiro, Bruna Quisté e Camila Aragon**. E aos amigos de longa data **Amanda Quinalia, Laura Belinelli, Rafaela Inada, Najla Cardozo, Gabriela Ohata** e ao **Rafael Amorin Martins**, obrigada por sempre estarem ao meu lado me apoiando e tornando a vida mais leve.

Aos professores que compuseram minha banca do exame de qualificação, **Prof. Dr. José Maurício dos Santos Nunes Reis e Prof. Dr. Guilherme Ferreira da Silva** pelas considerações que tanto contribuíram para o enriquecimento deste trabalho.

Aos professores que aceitaram o convite para compor a banca de defesa desta tese de doutorado, **Profa. Dra. Renata Garcia Fonseca, Prof. Dr. Norberto Batista de Faria Júnior e Prof. Dr. Evandro Watanabe**.

À Faculdade de Odontologia de Araraquara - FOAr, Universidade Estadual Paulista - UNESP, representada pelo **Prof. Dr. Edson Alves de Campos** e pela **Profa. Dra. Patrícia P. Nordi Sasso Garcia**, pela infraestrutura desta instituição que foi como minha segunda casa. Ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia - FOAr/UNESP, na pessoa do Coordenador **Prof. Dr. Paulo Sérgio Cerri**. Aos funcionários da pós-graduação **Alessandra Cristina Francischini Carvalho, José**

Alexandre Garcia e Cristiano Afonso Lamounier por toda paciência e dedicação com a qual exercem suas funções. Aos funcionários do Departamento de Odontologia Restauradora, em especial à **Ana Paula Pereira, Creusa Hortenci, Mayara Mulato, Priscila Cunha Miranda Dias, Ravena Souza e Vandelei José Antônio da Silva** por todo trabalho e dedicação ao nosso departamento, clínicas e laboratórios.

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.

Pradelli JA. Propriedades físico-química, resistência de união e atividade antibiofilme de novos cimentos obturadores à base de silicato de tricálcio [tese de doutorado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2024.

RESUMO

Tempo de presa (n=6), escoamento (n=6), pH (n=10), solubilidade (n=6) e radiopacidade (n=4) de cimentos endodônticos biocerâmicos foram avaliados de acordo com a norma ISO 6876. Resistência de união (foi avaliada pelo teste de *Push-Out*) e atividade antibiofilme contra *E. faecalis* associado ou não a *C. albicans* pelo teste de contato direto modificado com eluído do cimento fresco e cimento após 24 horas de presa do cimento. Os dados obtidos foram analisados pelos testes ANOVA e Tukey ($\alpha=0,05$). **Publicação 1** – Sealer Plus BC (SPBC) foi comparado ao Bio-C Sealer (BCS) e ao AH Plus Jet (AHP). SPBC apresentou maior tempo de presa que BCS e menor que AHP, menor escoamento que BCS e maior que AHP ($p<0,05$). SPBC apresenta a menor radiopacidade ($p<0,05$), e maior resistência de união em relação ao BCS e ao AHP ($p<0,05$). SPBC e BCS demonstraram pH alcalino e atividade antibiofilme contra *E. faecalis* associado ou não a *C. albicans* no eluído e corpo de prova ($p<0,05$). No entanto, SPBC e BCS mostraram solubilidade maior que 3%. SPBC apresenta adequados tempo de presa, escoamento e radiopacidade, maior resistência de união, pH alcalino, atividade antibiofilme, mas solubilidade acima do recomendado pela ISO. **Publicação 2** – AH Plus Biocerâmico (AHPB) em comparação aos cimentos Bio-C Sealer (BCS) e AH Plus Jet (AHP). AHPB apresentou menor tempo de presa e resistência de união que BCS e AHP ($p<0,05$). Radiopacidade foi menor que AHP e maior que BCS ($p<0,05$). AHPB apresentou escoamento maior que AHP e menor que BCS ($p<0,05$). AHPB e BCS demonstraram pH alcalino e atividade antibiofilme contra *E. faecalis* associado ou não a *C. albicans* no eluído ($p<0,05$). Conclui-se que AHPB apresenta tempo de presa, escoamento e radiopacidade de acordo com as normas ISO 6876, a menor resistência de união, pH alcalino e atividade antibiofilme com eluído do cimento. No entanto AHPB e BCS, excedem 3% de solubilidade. **Publicação 3** – Comparação entre NeoSealer Flo (NSF) e NeoMTA2 (NMTA2) com o Bio-C Sealer (BCS) e AH Plus Jet (AHP). AHP apresentou o maior tempo de presa, seguido por NMTA2 e NSF ($p<0,05$). NSF e BCS excederam a solubilidade recomendada, enquanto NMTA2 e AHP atenderam aos padrões ($p<0,05$). NSF e NMTA2 apresentaram os menores valores de radiopacidade ($p<0,05$). NMTA2 teve o menor escoamento, inferior ao recomendado pela ISO ($p<0,05$). NSF obteve a maior resistência de união, seguido pelos demais cimentos ($p<0,05$). Os biocerâmicos promoveram pH alcalino ($p<0,05$). Todos os cimentos exibiram maior atividade antibiofilme com eluído. Conclui-se que NSF e NMTA2 apresentam propriedades físico-químicas e mecânicas adequadas, pH alcalino e atividade antibiofilme contra *Enterococcus faecalis*. No entanto, NSF mostrou maior solubilidade e NMTA2 menor escoamento do que o recomendado pelas normas ISO.

Palavras-Chave: Endodontia. Materiais dentários. Calcárea silicata. Fenômenos químicos. *Enterococcus faecalis*. *Candida albicans*.

Pradelli JA. Physical-chemical, mechanical, and antimicrobial properties of new root canal sealers based on tricalcium silicate [tese de doutorado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2024.

ABSTRACT

Setting time (n=6), flow (n=6), pH (n=10), solubility (n=6), and radiopacity (n=4) of bioceramic endodontic sealers were evaluated according to ISO 6876 standard. Bond strength (evaluated by Push-Out test) and antimicrobial activity against *E. faecalis* alone or combined with *C. albicans* were assessed by modified direct contact test with eluate from fresh sealer and sealer after 24 hours of setting. Data were analyzed by ANOVA and Tukey tests ($\alpha=0.05$). Publication 1 – Sealer Plus BC (SPBC) was compared to Bio-C Sealer (BCS) and AH Plus Jet (AHP). SPBC showed longer setting time than BCS and shorter than AHP, lower flow than BCS and higher than AHP ($p<0.05$). SPBC exhibited lower radiopacity ($p<0.05$) and higher bond strength compared to BCS and AHP ($p<0.05$). SPBC and BCS showed alkaline pH and antibiofilm activity against *E. faecalis* alone or combined with *C. albicans* in eluate and specimen ($p<0.05$). However, SPBC and BCS demonstrated solubility higher than 3%. SPBC showed adequate setting time, flow, and radiopacity, higher bond strength, alkaline pH, antibiofilm activity, but solubility above ISO recommendation. Publication 2 – AH Plus Bioceramic (AHPB) compared to Bio-C Sealer (BCS) and AH Plus Jet (AHP). AHPB exhibited shorter setting time and lower bond strength than BCS and AHP ($p<0.05$). Radiopacity was lower than AHP and higher than BCS ($p<0.05$). AHPB showed higher flow than AHP and lower than BCS ($p<0.05$). AHPB and BCS demonstrated alkaline pH and antibiofilm activity against *E. faecalis* alone or combined with *C. albicans* in eluate ($p<0.05$). It is concluded that AHPB shows setting time, flow, and radiopacity according to ISO 6876 standards, lower bond strength, alkaline pH, and antibiofilm activity with sealer eluate. However, AHPB and BCS exceed 3% solubility. Publication 3 – Comparison between NeoSealer Flo (NSF) and NeoMTA2 (NMTA2) with Bio-C Sealer (BCS) and AH Plus Jet (AHP). AHP presented the longest setting time, followed by NMTA2 and NSF ($p<0.05$). NSF and BCS exceeded recommended solubility, while NMTA2 and AHP met the standards ($p<0.05$). NSF and NMTA2 showed the lowest radiopacity values ($p<0.05$). NMTA2 had the lowest flow, below ISO recommendations ($p<0.05$). NSF obtained the highest bond strength, followed by the other sealer ($p<0.05$). Bioceramics promoted alkaline pH ($p<0.05$). All sealers exhibited higher antibiofilm activity with eluate. It is concluded that NSF and NMTA2 present suitable physicochemical and mechanical properties, alkaline pH, and antibiofilm activity against *Enterococcus faecalis*. However, NSF showed higher solubility and NMTA2 lower flow than recommended by ISO standards.

Keywords: Endodontics. Dental materials. Calcárea silicata. Chemical phenomena. *Enterococcus faecalis*. *Candida albicans*.

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO.....	10
2 PROPOSIÇÃO.....	15
2.1 Proposição Específicos.....	15
3 PUBLICAÇÕES.....	16
3.1 Publicação 1.....	16
3.2 Publicação 2.....	28
3.3 Publicação 3.....	42
4 DISCUSSÃO.....	55
5 CONCLUSÃO.....	59
REFERÊNCIAS.....	60
APÊNDICE A.....	66

1 INTRODUÇÃO

Mineral Trióxido Agregado (MTA) representa a introdução dos cimentos de silicato de cálcio na odontologia na década de 1990¹. As primeiras aplicações clínicas do MTA foram para selamento de perfurações, obturação retrógrada e apicificação². Posteriormente, foram desenvolvidos cimentos endodônticos à base de silicatos de cálcio ou biocerâmicos em diferentes composições³.

Os cimentos endodônticos biocerâmicos são compostos por silicato dicálcico e tricálcico⁴, juntamente com aditivos e veículos para proporcionar manipulação e escoamento⁵. Radiopacificadores alternativos, como óxido de zircônio, óxido de tântalo ou tungstato de cálcio, são hoje utilizados em substituição ao óxido de bismuto. Os cimentos à base de silicato de cálcio são classificados como cimentos hidráulicos, pois dependem da água para a reação de presa e hidratação^{3,6,7}. O silicato de cálcio, durante o processo de hidratação, libera íons cálcio e hidroxilas, os quais interagem com o fosfato presente no fluido dos tecidos periapicais, resultando na deposição de um precipitado semelhante à apatita na superfície do material, denominado fosfato de cálcio apatita⁸. A formação de apatita precipitada melhora a adaptação e o selamento dos materiais, devido à sua estrutura análoga ao componente mineral da dentina⁹, e serve como um indicativo da bioatividade desses materiais¹⁰. Além da bioatividade, os materiais biocerâmicos exibem propriedades biológicas¹¹, biocompatibilidade e citocompatibilidade⁶.

Os cimentos biocerâmicos devem apresentar resistência de união à dentina, proporcionando melhor adaptação na interface entre o material obturador e a parede do canal radicular¹². A resistência de união pode estar relacionada à bioatividade desses cimentos, que envolve um processo de biomineralização com a dentina¹³. Esse processo permite que o cimento biocerâmico interaja com a dentina, formando uma zona mineral na interface dentina-cimento¹⁴. Um selamento adequado contribui significativamente para evitar a recolonização de microrganismos no interior dos canais radiculares¹⁵.

Cimentos à base de silicato de cálcio devem apresentar não apenas propriedades mecânicas desejáveis, mas também características físico-químicas adequadas². Sua reação de presa é dependente de umidade³ e pode variar de acordo com diversos fatores, como a composição do material, proporção pó/líquido, tamanho das partículas e condições de temperatura e umidade^{7,16,17}. Tempo de presa e escoamento

apropriado são essenciais para evitar o extravasamento apical e promover a penetração nos túbulos dentinário, melhorando a adesão e a capacidade de selamento¹⁴. Conforme a norma ISO 6876:2012¹⁸, um cimento endodôntico deve apresentar escoamento superior a 17mm, mas essa medida pode variar dependendo das proporções pó/líquido utilizadas¹. A radiopacidade mínima de 3 milímetros de alumínio dos materiais obturadores é necessária para a visualização clara em radiografias¹⁸. A estabilidade dimensional e baixa solubilidade são cruciais para evitar a contração ou dissolução que possam comprometer o tratamento¹⁹. A solubilidade dos cimentos biocerâmicos pode ultrapassar os 3% recomendados pela norma ISO¹⁸. Isso ocorre devido à capacidade de alcalinização desses materiais¹⁵, que criam um ambiente desfavorável para microrganismos²⁰, mantendo um pH elevado mesmo após a presa²¹.

O fracasso do tratamento endodôntico está diretamente relacionado à persistência de microrganismos no sistema de canais radiculares ou à reinfecção pós-obturaçã^{22,23}. *Candida albicans*, um fungo também associado a casos de insucesso no tratamento endodôntico, é capaz de formar biofilmes e resistir às estratégias tradicionais de desinfecção²⁴. *Enterococcus faecalis*, uma bactéria gram-positiva associada a infecções periapicais persistentes, apresenta capacidade de invadir canais radiculares, aderir à dentina, formar biofilme e sobreviver em ambientes com pH alcalino^{25,26}. *E. faecalis* é mais resistente na presença de *C. albicans*²⁷. O teste de contato direto modificado (TCDM) avalia a atividade antibiofilme do material em contato com biofilme microbiano¹⁵. O uso de biofilme multiespécie no TCDM reflete a prática clínica²⁸. A atividade antimicrobiana de cimentos endodônticos contribui para o controle da infecção residual^{24,29}. A liberação de íons cálcio e hidroxila pelos cimentos biocerâmicos promove pH alcalino, o que contribui para capacidade de inibir a persistência bacteriana após o tratamento endodôntico, afetando membrana citoplasmática, proteínas e DNA microbiano²⁶. Os cimentos biocerâmicos podem proporcionar alcalinização do meio mesmo após a presa²¹. No entanto, cimentos biocerâmicos apresentam diferente efetividade antimicrobiana³⁰.

O Sealer Plus BC pó/líquido (SPBC, MK Life, Porto Alegre, RS, Brasil), é um novo cimento biocerâmico obturador composto por um pó com óxido de zircônio, silicato tricálcico e dicálcico, além de hidróxido de cálcio, enquanto o líquido é composto por propilenoglicol e água deionizada, uma composição similar ao Sealer Plus BC pronto para uso³¹. Os cimentos biocerâmicos na forma pó/líquido iniciam a

reação de hidratação quando manipulados, enquanto os cimentos prontos para uso dependem da umidade dentinária¹. O fabricante destaca que o cimento demonstra liberação de íons cálcio, reação de presa inicial em 10 minutos, pH alcalino e radiopacidade³¹. Além disso, o Sealer Plus BC não possui uma proporção pré-definida, sendo sugerida pelo fabricante a incorporação de líquido até alcançar a consistência desejada, seja como material reparador ou cimento endodôntico³¹. Sealer Plus BC apresenta água deionizada junto com o propilenoglicol no líquido do cimento pó/líquido³². No entanto, propriedades como o tempo de presa, escoamento e radiopacidade podem ser alterados em função da proporção pó/líquido que não é definida pelo fabricante^{1,16}.

O AH Plus Biocerâmico (AHPB, Dentsply, DeTrey GmbH, Konstanz, Alemanha) é um cimento obturador pronto para uso composto por dióxido de zircônio, silicato tricálcico, dimetil sulfóxido, carbonato de lítio, e agentes espessantes pré-misturados³³. AH Plus Biocerâmico demonstra bioatividade, citocompatibilidade e adequada penetrabilidade dentinária³⁴⁻³⁷. Possui propriedades físico-químicas adequadas, como tempo de presa, radiopacidade, escoamento, liberação de íons de cálcio e pH alcalino^{36,38-42}. Solubilidade maior que 3% foram observadas em testes conduzidos de acordo com as normas ISO 6876:2001 e 2012, com imersão de 24 horas^{37,39,40} e 7 dias⁴². Por outro lado, valores inferiores a 3% foram registrados em avaliações realizadas após 1, 2, 3, 7, 14, 21 e 28 dias de imersão, não seguindo os critérios da norma ISO 6876³⁵. Quando associado a Rodamina para permitir a avaliação da penetrabilidade do cimento em microscópio confocal a laser, além da resistência de união, o cimento AHPB demonstrou valores de resistência de união inferior ao cimento AH Plus JET³⁷. No entanto a adição de Rodamina em cimentos endodônticos pode modificar a resistência de união⁴³. Embora AHPB tenha mostrado atividade antimicrobiana contra suspensões bacterianas de *Enterococcus faecalis* usando o eluído do cimento fresco³⁶, a atividade antibiofilme contra biofilmes de *Candida albicans* e/ou *E. faecalis* ainda não foi avaliada.

O Bio-C Sealer (BCS, Angelus, Londrina, Paraná, Brasil) é um cimento obturador a base de silicato de tricálcio pronto para uso. Quando comparado a outros cimentos, apresenta adequadas propriedades físico-químicas, como alteração volumétrica, solubilidade, pH, tempo de presa e escoamento^{15,20,44}. O BCS demonstra adequada resistência de união à dentina radicular⁴⁵, maior solubilidade e pequena alteração volumétrica avaliado em microtomografia computadorizada⁴⁶. Bio-C Sealer

é citocompatível⁴⁷, bioativo⁴⁸ e com potencial osteogênico⁴⁹. Apresenta atividade antimicrobiana contra células planctônicas de *E. faecalis*, *E. coli* e *P. aeruginosa* com cimento fresco e contra *S. mutans*, após 48 horas de presa⁵⁰. Além disso BCS diminui atividade metabólica de biofilme poli microbiano *ex-vivo* derivado de placa dentária⁵¹.

NeoSealer Flo (NSF, Avalon Biomed, TX, USA) é um novo cimento endodôntico à base de silicato tricálcio, silicato dicálcico e óxido de tântalo, descrito pelo fabricante como bioativo, biocompatível, antimicrobiano, dimensionalmente estável e livre de resina⁵². O NSF demonstrou adequada penetrabilidade nos túbulos dentinários⁵³ e conformidade com as normas ISO 6876:2012 em relação ao tempo de presa, escoamento, radiopacidade e espessura do filme⁵⁴. Além disso, NSF apresenta liberação de íons e pH alcalino, mostrando atividade alcalinizante⁵⁴. No entanto, apresentou solubilidade acima de 3%⁵⁴. A resistência de união com a dentina e a atividade antibiofilme do cimento NSF não foram relatadas.

NeoMTA 2 (NMTA 2, Avalon Biomed, TX, USA) é um novo cimento biocerâmico desenvolvido como sucessor do NeoMTA-Plus (NeoMTA-Plus, Avalon Biomed, TX, USA)⁵⁵. O NMTA2 é à base de silicatos de cálcio e radiopacificador óxido de tântalo, o que evita o manchamento da estrutura dentária⁵⁵. Composto por um pó inorgânico extremamente fino de silicato tricálcico e dicálcico⁵⁵. A proporção pó-líquido empregada é realizada segundo sua indicação como cimento endodôntico reparador ou obturador⁵⁵. Apresenta citocompatibilidade e bioatividade⁵⁶, adequada resistência de união e desempenho clínico em pulpotomias⁵⁷. No entanto, não foram relatadas atividades antimicrobianas na literatura

AH Plus JET (AHP, Dentsply, DeTrey GmbH, Konstanz, Alemanha) é um cimento à base de resina epóxi que possui ótimas propriedades físico-químicas, como tempo de presa, radiopacidade, escoamento, baixa alteração dimensional e solubilidade^{10,15,44}. Por esses motivos esse cimento tem sido utilizado como material de referência para avaliação de propriedades físico-químicas. Além disso, é citocompatível e apresenta atividade antimicrobiana somente durante a reação de presa, devido à presença de resina epóxi e aminas em sua composição¹⁰.

Diante da ausência ou limitação de estudos investigativos sobre os cimentos Sealer Plus BC pó/líquido, AH Plus Biocerâmico, NeoSealer Flo e NeoMTA 2, torna-se necessário uma avaliação abrangente de suas propriedades físico-químicas, mecânica e da atividade antibiofilme, tanto antes quanto após o processo de presa, em biofilmes de *E. faecalis*, bem como em biofilmes de dupla espécie, *E. faecalis* e *C.*

albicans. Esta avaliação será comparativa, incluindo o cimento biocerâmico Bio-C Sealer e o resinoso AH Plus JET.

2 PROPOSIÇÃO

O presente estudo tem como objetivo a avaliação abrangente das propriedades físico-químicas, como tempo de presa, pH, solubilidade, radiopacidade e escoamento, mecânica, como a resistência de união e antibiofilme dos novos cimentos biocerâmicos, Sealer Plus BC pó-líquido, AH Plus Biocerâmico, NeoSealer Flo e NeoMTA 2. A análise antibiofilme será conduzida em eluidos dos cimentos frescos e após um período de 24 horas de presa, contra biofilmes mono espécie de *E. faecalis* e dual espécie, *E. faecalis* e *C. albicans*. A comparação será estabelecida com cimentos já consolidados, o biocerâmico Bio-C Sealer e o resinoso AH Plus JET.

2.1 Proposições Específicas

Publicação 1: Avaliar *in vitro*, as propriedades físico-químicas, mecânica e antibiofilme do cimento à base de silicato de tricálcio, Sealer Plus BC pó-líquido, em comparação com os cimentos Bio-C Sealer e AH Plus JET.

Publicação 2: Avaliar *in vitro*, o cimento AH Plus Biocerâmico quanto as suas propriedades físico-químicas, mecânica e antibiofilme, comparado com os cimentos Bio-C Sealer e AH Plus JET.

Publicação 3: Avaliar *in vitro*, os novos cimentos à base de silicato de cálcio, NeoSealer Flo e NeoMTA 2, com os cimentos Bio-C Sealer e AH Plus JET, quanto as suas propriedades físico-químicas, mecânica e antibiofilme.

5 CONCLUSÃO

O cimento pó-líquido Sealer Plus BC apresenta propriedades físico-químicas de acordo com os padrões ISO 6876, além de resistência de união à dentina e atividade antibiofilme contra biofilme de *Enterococcus faecalis* associado ou não a *Candida albicans*. No entanto, demonstra solubilidade superior a 3%.

AH Plus Biocerâmico apresentou tempo de presa, escoamento e radiopacidade de acordo com a norma ISO 6876, baixa resistência de união, pH alcalino e atividade antibiofilme contra *Enterococcus faecalis* associado ou não a *Candida albicans* com eluído do cimento fresco e após 24 horas de presa. No entanto, apresentou solubilidade acima de 3%.

NeoSealer Flo e NeoMTA 2 apresentam tempo de presa e radiopacidade de acordo com a norma ISO 6876 e adequada resistência de união. pH alcalino e atividade antibiofilme contra *Enterococcus faecalis*, especialmente quando testados com o eluído fresco dos materiais. NeoMTA 2 também apresenta valores de solubilidade em conformidade com a ISO 6876, mas o escoamento é inferior a 17mm. Por outro lado, NeoSealer Flo apresenta solubilidade acima de 3%.

REFERÊNCIAS*

1. Duarte MAH, Marciano MA, Vivan RR, Tanomaru Filho M, Tanomaru JMG, Camilleri J. Tricalcium silicate-based cements: properties and modifications. *Braz Oral Res.* 2018; 32(Suppl 1): e70.
2. Parirokh M, Torabinejad M, Dummer PMH. Mineral trioxide aggregate and other bioactive endodontic cements: an updated overview - part I: vital pulp therapy. *Int Endod J.* 2018; 51(2): 177-205.
3. Camilleri J. Will bioceramics be the future root canal filling materials? *Curr Oral Health Rep.* 2017; 4: 228–38.
4. Camilleri J. The chemical composition of mineral trioxide aggregate. *J Conserv Dent.* 2008; 11(4): 141-3.
5. Loison-Robert LS, Tassin M, Bonte E, Berbar T, Isaac J, Berdal A et al. In vitro effects of two silicate-based materials, Biodentine and BioRoot RCS, on dental pulp stem cells in models of reactionary and reparative dentinogenesis. *PLoS One.* 2018; 13(1): e0190014.
6. Donnermeyer D, Bürklein S, Dammaschke T, Schäfer E. Endodontic sealers based on calcium silicates: a systematic review. *Odontology.* 2019; 107(4): 421–36.
7. Kebudi Benezra M, Schembri Wismayer P, Camilleri J. Influence of environment on testing of hydraulic sealers. *Sci Rep.* 2017; 7(1): 17927.
8. Abu Zeid ST, Alamoudi RA, Abou Neel EA, Mokeem Saleh AA. Morphological and spectroscopic study of an apatite layer induced by fast-set versus regular-set endosequence root repair materials. *Materials (Basel).* 2019; 12(22): 3678.
9. Timchenko PE, Timchenko EV, Pisareva EV, Vlasov MY, Red'kin NA, Frolov OO. Spectral analysis of allogeneic hydroxyapatite powders. *J Phys: Conf Ser.* 2017; 784: 012060.
10. Zordan-Bronzel CL, Tanomaru Filho M, Rodrigues EM, Chávez-Andrade GM, Faria G, Guerreiro-Tanomaru JM. Cytocompatibility, bioactive potential and antimicrobial activity of an experimental calcium silicate-based endodontic sealer. *Int Endod J.* 2019; 52(7): 979-86.
11. 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).
12. Rencher B, Chang AM, Fong H, Johnson JD, Paranjpe A. Comparison of the sealing ability of various bioceramic materials for endodontic surgery. *Restor Dent Endod.* 2021; 46(3): e35.

* 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-normalizacaoatualizado.pdf>

13. 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. *Scanning*. 2021; 6; 2021: 6617930.
14. Candeiro GTM, Correia FC, Duarte MAH, Ribeiro-Siqueira DC, Gavini G. Evaluation of radiopacity, pH, release of calcium ions, and flow of a bioceramic root canal sealer. *J Endod*. 2012; 38(6): 842–5.
15. Zordan-Bronzel CL, Esteves Torres FF, 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.
16. Cavenago BC, Pereira TC, Duarte MA, Ordinola-Zapata R, Marciano MA, Bramante CM et al. Influence of powder-to-water ratio on radiopacity, setting time, pH, calcium ion release and a micro-CT volumetric solubility of white mineral trioxide aggregate. *Int Endod J*. 2014; 47(2): 120-6.
17. Silva EJ, Perez R, Valentim RM, Belladonna FG, De-Deus GA, Lima IC, Neves AA. Dissolution, dislocation and dimensional changes of endodontic sealers after a solubility challenge: a micro-CT approach. *Int Endod J*. 2017; 50(4): 407-14.
18. International Organization for Standardization. ISO 6876: dentistry root canal sealing materials. Geneva: ISO; 2012 [acesso em 2024 fev 20]. Disponível em: <https://www.iso.org/standard/45117.html>.
19. Guimarães BM, Prati C, Duarte MAH, Bramante CM, Gandolfi MG. Physicochemical properties of calcium silicate-based formulations mta repair hp and mta Vitalcem. *J Appl Oral Sci*. 2018; 26: e2017115.
20. Poggio C, Dagna A, Ceci M, Meravini MV, Colombo M, Pietrocola G. Solubility and pH of bioceramic root canal sealers: a comparative study. *J Clin Exp Dent*. 2017; 9(10): e1189–94.
21. Kwak SW, Koo J, Song M, Jang IH, Gambarini G, Kim HC. Physicochemical properties and biocompatibility of various bioceramic root canal sealers: in vitro study. *J Endod*. 2023; 49(7): 871–9.
22. Nair PNR, Henry S, Cano V, Vera J. Microbial status of apical root canal system of human mandibular first molars with primary apical periodontitis after “one-visit” endodontic treatment. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod*. 2005; 99(2): 231–52.
23. Long J, Kreft JU, Camilleri J. Antimicrobial and ultrastructural properties of root canal filling materials exposed to bacterial challenge. *J Dent*. 2020; 93: 103283.
24. Siqueira JFJ, Rôças IN. Clinical implications and microbiology of bacterial persistence after treatment procedures. *J Endod*. 2008; 34(11): 1291-301.e3.
25. Zehnder M, Guggenheim B. The mysterious appearance of enterococci in filled root canals. *Int Endod J*. 2009; 42(4): 277–87.
26. Kishen A, George S, Kumar R. Enterococcus faecalis-mediated biomineralized biofilm formation on root canal dentine in vitro. *J Biomed Mater Res A*. 2006; 77(2): 406–15.

27. Gao Y, Jiang X, Lin D, Chen Y, Tong Z. The starvation resistance and biofilm formation of *enterococcus faecalis* in coexistence with *candida albicans*, *streptococcus gordonii*, *actinomyces viscosus*, or *lactobacillus acidophilus*. J Endod. 2016; 42(8): 1233-8
28. Ma J, Wang Z, Shen Y, Haapasalo M. A new noninvasive model to study the effectiveness of dentin disinfection by using confocal laser scanning microscopy. J Endod. 2011; 37(10): 1380-5.
29. Stuart CH, Schwartz SA, Beeson TJ, Owatz CB. *Enterococcus faecalis*: its role in root canal treatment failure and current concepts in retreatment. J Endod. 2006; 32(2): 93–8.
30. Wang Z, Shen Y, Haapasalo M. Antimicrobial and antibiofilm properties of bioceramic materials in endodontics. Materials (Basel). 2021; 14(24): 7594.
31. MK Life. Sealer Plus BC – Pó/Líquido. Porto Alegre; c1993 [acesso em: 2024 fev. 20]. Disponível em: <https://www.mklife.com.br/cimento-endodontico/sealer-plus-bc-po-liquido-1gr.html>.
32. ANVISA. Sealer Plus BC – Cimento Biocerâmico. [s.l.; 2023] [acesso em: 2024 fev. 20]. Disponível em: <https://www.smerp.com.br/anvisa/?ac=prodDetail&anvisald=10392999006>.
33. Dentsply Sirona. AH Plus Biocerâmico. [S.l.; 2024] [acesso em: 2024 fev. 20]. Disponível em: <https://www.dentsplysirona.com/pt-br/descubra/descobrir-por-marca/ah-plus-selador-bioceramico.html>.
34. Sanz JL, López-García S, Rodríguez-Lozano FJ, Melo M, Lozano A, Llena C, et al. Cytocompatibility and bioactive potential of AH Plus Bioceramic Sealer: An in vitro study. Int Endod J. 2022; 55(10): 1066–80.
35. Kandemir Demirci G, Çöven FO, Güneri P, Karavana SY, Nalbantsoy A, Köse T, Kaval ME. The solubility, pH value, chemical structure, radiopacity, and cytotoxicity of four different root canal sealers: an in vitro study. Clin Oral Investig. 2023; 27(9): 5413-25
36. Souza LC de, Neves GST, Kirkpatrick T, Letra A, Silva R. Physicochemical and biological properties of ah plus bioceramic. J Endod. 2023; 49(1): 69–76.
37. Shieh K, Yang J, Zhu EH, Peters OA, Hosseinpour S. Dentinal tubule penetrability and bond strength of two novel calcium silicate-based root canal sealers. Materials (Basel). 2023; 16(9): 3309.
38. Kwak SW, Koo J, Song M, Jang IH, Gambarini G, Kim HC. Physicochemical properties and biocompatibility of various bioceramic root canal sealers: in vitro study. J Endod. 2023; 49(7): 871-79.
39. Donnermeyer D, Schemkämper P, Bürklein S, Schäfer E. Short and long-term solubility, alkalizing effect, and thermal persistence of premixed calcium silicate-based sealers: AH Plus Bioceramic Sealer vs. Total Fill BC Sealer. Materials (Basel). 2022; 15(20): 7320.
40. Raman V, Camilleri J. Characterization, and assessment of physical properties of 3 single syringe hydraulic cement-based sealers. J Endod. 2024; 50(3): 381-8.

41. Bilvinaite G, Drukteinis S, Brukiene V, Rajasekharan S. Immediate and long-term radiopacity and surface morphology of hydraulic calcium silicate-based materials. *Materials*. 2022; 15(19): 6635.
42. Quaresma SAL, Alves Dos Santos GN, Silva-Sousa AC, Camargo RV, Lopes-Olhê FC, Silva-Sousa YTC, Mazzi-Chaves JF, Sousa-Neto MD. Physicochemical properties of calcium silicate cement based endodontic sealers. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2024; 151: 106400.
43. Tedesco M, Vitali FC, Bortoluzzi EA, Garcia LDFR, Teixeira CDS. Analysis of physicochemical properties of endodontic sealers containing rhodamine B. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2023; 140: 105699.
44. Torres FFE, Zordan-Bronzel CL, Guerreiro-Tanomaru JM, Chávez-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.
45. Girelli CFM, de Lima CO, Silveira FF, Lacerda MFLS, Nunes E. Marginal gaps and voids using two warm compaction techniques and different sealers: a micro-CT study. *Clin Oral Investig*. 2023; 27(6): 2805–11.
46. Kooanantkul C, Shelton RM, Camilleri J. Comparison of obturation quality in natural and replica teeth root-filled using different sealers and techniques. *Clin Oral Investig*. 2023; 27(5): 2407–17.
47. Tolosa-Monfà A, Veroni A, Blasi-Cabús J, Ballester-Palacios ML, Berástegui-Jimeno E. Cytotoxicity comparison of Bio C Sealer against multiple root canal sealers. *J Clin Exp Dent*. 2023; 15(2): e110.
48. Janini ACP, Pelepenko LE, Boldieri JM, dos Santos VAB, da Silva NA, Raimundo IM, et al. Biocompatibility analysis in subcutaneous tissue and physico-chemical analysis of pre-mixed calcium silicate-based sealers. *Clin Oral Investig*. 2023; 27(5): 2221–34.
49. Alves Silva EC, 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.
50. Barbosa VM, Pitondo-Silva A, Oliveira-Silva M, Martorano AS, Rizzi-Maia CC, Silva-Sousa YTC, et al. Antibacterial activity of a new ready-to-use calcium silicate-based sealer. *Braz Dent J*. 2020; 31(6): 611–6.
51. Saavedra FM, Pelepenko LE, Boyle WS, Zhang A, Staley C, Herzberg MC, Marciano MA, Lima BP. In vitro physicochemical characterization of five root canal sealers and their influence on an ex vivo oral multi-species biofilm community. *Int Endod J*. 2022; 55(7): 772-783.
52. Avalon Biomed. NeoSealer Flo. Houston; 2022 [acesso em: 2024 fev. 24]. Disponível em: <https://www.avalonbiomed.com/product/neosealer-flo-kits/>
53. Vo K, Daniel J, Ahn C, Primus C, Komabayashi T. Coronal and apical leakage among five endodontic sealers. *J Oral Sci*. 2022; 64(1): 95–8.

54. Zamparini F, Prati C, Taddei P, Spinelli A, Di Foggia M, Gandolfi MG. Chemical-physical properties and bioactivity of new premixed calcium silicate-bioceramic root canal sealers. *Int J Mol Sci.* 2022; 23(22): 13914.
55. Avalon Biomed. NeoMTA 2. 2021.Houston; 2022 [acesso em: 2024 fev. 24]. Disponível em: <https://www.avalonbiomed.com/product/neomta-plus-2-5-gram-intro-kit/>
56. Rodríguez-Lozano FJ, Lozano A, López-García S, García-Bernal D, Sanz JL, Guerrero-Gironés J, et al. Biomineralization potential and biological properties of a new tantalum oxide (Ta₂O₅)–containing calcium silicate cement. *Clin Oral Investig.* 2022; 26(2): 1427–41.
57. Alqahtani AS, Sulimany AM, Alayad AS, Alqahtani AS, Bawazir OA. Evaluation of the Shear Bond Strength of Four Bioceramic Materials with Different Restorative Materials and Timings. *Materials (Basel).* 2022; 15(13).
58. Silva Almeida LH, 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.
59. Pinto JC, Torres FFE, Pivoto-João MMB, Cirelli JA, Guerreiro-Tanomaru JM, Tanomaru-Filho M. Filling ability and flow of root canal sealers: a micro-computed tomographic study. *Braz Dent J.* 2020; 31(5): 499-504.
60. Tanomaru-Filho M, Torres FFE, Bosso-Martelo R, Chávez-Andrade GM, Rodrigues EM, Guerreiro-Tanomaru JM. A novel model for evaluating the flow of endodontic materials using micro-computed tomography. *J Endod.* 2017; 43(5): 796-800.
61. Guerreiro Tanomaru JM, Storto I, Da Silva GF, Bosso R, Costa BC, Bernardi MI, Tanomaru-Filho M. Radiopacity, pH and antimicrobial activity of Portland cement associated with micro- and nanoparticles of zirconium oxide and niobium oxide. *Dent Mater J.* 2014; 33(4): 466-70.
62. Tedesco M, Chain MC, Felipe WT, Alves AMH, Garcia LdFR, Bortoluzzi EA, Cordeiro MR, Teixeira CS. Correlation between bond strength to dentin and sealers penetration by *push-out* test and CLSM analysis. *Braz Dent J.* 2019; 30:555–562.
63. Karobari MI, Batul R, Snigdha NTS, Al-Rawas M, Noorani TY. Evaluation of *push-out* bond strength, dentinal tubule penetration and adhesive pattern of bio-ceramic and epoxy resin-based root canal sealers. *PLoS One.* 2023; 18(11): e0294076.
64. Al-Hiyasat AS, Alfirjani SA. The effect of obturation techniques on the *push-out* bond strength of a premixed bioceramic root canal sealer. *J Dent.* 2019; 89: 103169.
65. Zordan-Bronzel CL, Tanomaru-Filho M, Torres FFE, Chávez-Andrade GM, Rodrigues EM, Guerreiro-Tanomaru JM. Physicochemical properties, cytocompatibility and antibiofilm activity of a new calcium silicate sealer. *Braz Dent J.* 2021; 32(4): 8-18.

66. Maekawa LE, Nassri MR, Ishikawa CK, Martins C, Chung A, Koga-Ito CY. In vitro antimicrobial activity of AH Plus, EndoREZ and Epiphany against microorganisms. *Indian J Dent Res.* 2012; 23(4): 469-72.
67. Bosaid F, Aksel H, Azim AA. Influence of acidic pH on antimicrobial activity of different calcium silicate based-endodontic sealers. *Clin Oral Investig.* 2022; 26(8): 5369-5376