



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



**Pedro Henrique Fiorin de Souza**

**Análise da interface material/dentina após diferentes tratamentos e da  
interação com cimentos biocerâmicos endodônticos e reparadores**

**Araraquara**

**2024**



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



**Pedro Henrique Fiorin de Souza**

**Análise da interface material/dentina após diferentes tratamentos e da interação com cimentos biocerâmicos endodônticos e reparadores**

Dissertação apresentada ao programa de Pós-Graduação em Odontologia, Área de Endodontia, da Faculdade de Odontologia de Araraquara, da Universidade Estadual Paulista para título de Mestre em Odontologia.

**Orientador:** Prof. Dr. Mario Tanomaru Filho

**Araraquara**

**2024**

|       |                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                              |
|-------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| S729a | <p>Souza, Pedro Henrique Fiorin de</p> <p>Análise da interface material/dentina após diferentes tratamentos e da interação com cimentos biocerâmicos endodônticos e reparadores / Pedro Henrique Fiorin de Souza.</p> <p>-- Araraquara, 2024</p> <p>62 f.</p> <p>Dissertação (mestrado) - Universidade Estadual Paulista (Unesp), Faculdade de Odontologia, Araraquara</p> <p>Orientador: Mario Tanomaru Filho</p> <p>1. Calcareia Silicata. 2. Biomineralização. 3. Materiais Dentários. 4. Testes Mecânicos. 5. Endodontia. I. Título.</p> |
|-------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|

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

Essa ficha não pode ser modificada.

**Pedro Henrique Fiorin de Souza**

**Análise da interface material/dentina após diferentes tratamentos e da interação com cimentos biocerâmicos endodônticos e reparadores**

**Comissão julgadora**

**Dissertação para obtenção do grau de Mestre em Odontologia**

Presidente e orientador: Prof. Dr. Mario Tanomaru Filho

2º Examinador: Prof. Dr. José Maurício dos Santos Nunes Reis

3º Examinador: Profa. Dra. Jessie Reyes Carmona

Araraquara, 27 de março de 2024.

## **DADOS CURRICULARES**

**Pedro Henrique Fiorin de Souza**

NASCIMENTO: 20 de fevereiro de 1998 – Ribeirão-Preto – SP

FILIAÇÃO: Anésio José de Souza

Isabel Silvana Fiorin de Souza

**2016 - 2021** - Graduação em Odontologia pela Faculdade de Odontologia de Araraquara – UNESP

**2021** - Curso de Extensão de Formação em Cirurgia Bucal pela Fundação Araraquarense de Ensino e Pesquisa em Odontologia – FAEPO

**2022 - 2024** - Mestrado em Odontologia, área de Endodontia, pela Faculdade de Odontologia de Araraquara – UNESP

Dedico esse trabalho aos meus pais Anésio e Isabel, por terem sido minha base, fonte de amor e muita fé. Sem vocês, nada disso teria sido possível.

## AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a **Deus** por ter me dado forças, discernimento, saúde e determinação na busca de meus objetivos, além de nunca ter soltado a minha mão durante toda essa trajetória.

Aos meus pais **Anésio** e **Isabel** por todo suporte, incentivo, apoio incondicional, amor e esforço que fizeram para que esse sonho fosse realizado, e que muitas vezes deixaram de lado suas vontades e desejos para ver a realização de seus filhos. A vocês todo meu amor e eterna gratidão.

Aos meus avós **Luís** e **Verônica**, por sempre serem fonte de muito amor e carinho.

Ao meu irmão **Lucas**, por ser meu grande companheiro desde sempre. Obrigado por sempre ser essa pessoa que irradia felicidades e sonhos.

A minha namorada e eterna dupla de faculdade, **Maria Letícia**, por toda paciência e apoio, além da compreensão de minha ausência quando se fez necessária. Obrigado pela parceria na vida e todo o amor que compartilhamos a cada dia, sem você eu não seria nem metade do que sou.

Ao meu orientador **Prof. Dr. Mario Tanomaru Filho**, por sua generosidade ao me proporcionar valiosas oportunidades, pela paciência durante meu aprendizado, orientação, ensinamentos, os quais levarei para o resto da vida, valores de vida e de profissão, além do encorajamento ao longo da minha jornada. Agradeço também pelo exemplo inspirador de profissional que o senhor é.

À **Profa. Dra. Juliane Maria Guerreiro Tanomaru**, por todo profissionalismo, disponibilidade para realização dos testes, ensinamentos e pelo carinho.

Ao **Prof. Dr. José Mauricio dos Santos Nunes Reis**, por todos os ensinamentos, pela sua disponibilidade, suporte para adequada realização dos

testes mecânicos e por ter aceitado participar de minha banca, fornecendo-nos pontuações valiosíssimas.

À **Profa. Dra. Jessie Reyes Carmona**, por ter feito parte de minha banca, e por ter compartilhado um pouco de sua vasta experiência no assunto que foi estudado resultando em excelentes pontuações visando a publicação dos futuros artigos.

Aos amigos do departamento de Endodontia, em especial a **Marcela de Come Ramos, Pedro Luís Busto Rosim e Catarina Pereira** pela amizade, risadas, momentos compartilhados e por não medirem esforços para me ajudar sempre que foi preciso. Vocês são inspiração! Sou muito grato a Deus por ter encontrado vocês no meu caminho, e tenho plena convicção de que sem vocês não teria graça. A todos vocês minha eterna gratidão! Como também a outros colegas que compartilhei memórias nessa jornada: **Karina, Airton, Jéssica, Hernán, David, Maria Laura, Lídia, Giovanna, José Leandro e Larissa**.

À **Faculdade de Odontologia de Araraquara – UNESP**, e a todos os professores e professoras, funcionários com quem convivi durante esses anos de mestrado, obrigado por cada momento compartilhado. Tenho orgulho de ser parte dessa família.

Ao CNPq - Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (Processo nº 88887.676674/2022-00) pelo apoio financeiro essencial para realização dessa pesquisa.

À

FAPESP – Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (Processo nº 2022/11710-8 e 2021/11496-3) pelo apoio financeiro essencial para realização dessa pesquisa.

Souza PHF. Análise da interface material/dentina após diferentes tratamentos e da interação com cimentos biocerâmicos endodônticos e reparadores [dissertação de mestrado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2024.

## RESUMO

O presente estudo avaliou o efeito do tratamento da dentina com soluções de Biosilicato (BS) previamente ao uso de biocerâmicos endodônticos e reparadores.

**Publicação 1:** Foi avaliado o efeito do tratamento da dentina com soluções de BS na superfície dentinária e na resistência de união com cimentos endodônticos.

**Metodologia:** Canais radiculares de dentes humanos (n=20) foram preparados e analisados quanto a obliteração dos túbulos dentinários de acordo com os tratamentos de dentina por meio de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).

Raízes de dentes bovinos foram utilizadas para confecção de discos circulares de 20mm x 2mm (diâmetro x altura), distribuídos de acordo com o tratamento da dentina: água destilada (AD), solução salina tamponada com fosfato (PBS), solução de BS 2,5%, BS 5% e BS 10% e subdivididos de acordo com os cimentos obturadores: Bio-C Sealer (BCS, Angelus, Brasil) (n=24) ou BioRoot RCS (BR, Septodont, França) (n=24). Testes mecânicos de *push-out* e tração foram realizados em máquina de ensaios mecânicos (EMIC DL 2000). O tipo de falha foi avaliado por estereomicroscópio. Os resultados foram submetidos à ANOVA e teste de Tukey, em nível de significância de 5%.

**Resultados:** MEV revelou que o tratamento com BS resultou em maior deposição com cobertura de material bioativo na dentina para BS a 5% e 10%. BS 2,5%, BS 5% e BS 10% promoveram maior resistência de união pelo teste de *push-out* para BCS ( $p < 0.05$ ) enquanto para BR não houve diferença significativa ( $p > 0.05$ ). Teste de tração revelou maior resistência de união após os tratamentos com BS para ambos os materiais ( $p < 0.05$ ). Predominância de falha mista foi observada.

**Conclusão:** Soluções de Biosilicato 5% e 10% demonstram potencial bioativo e maior resistência de união com os cimentos biocerâmicos BCS e BR.

**Publicação 2:** Foi avaliado o efeito do tratamento da dentina com soluções de BS na RU de materiais reparadores por meio de testes *push-out* e tração.

**Materiais e Métodos:** Raízes de dentes bovinos foram utilizadas para confecção de discos circulares de 20mm x 2mm (diâmetro x altura). Os espécimes foram distribuídos de acordo com tratamento final da dentina (n=48): água destilada (AD), soro fisiológico (SF) e BS 5%, e subdivididos de acordo com os materiais: Bio-C Repair (BCR) (Angelus) (n=24) ou Biodentine (BD) (Septodont) (n=24). Ensaio mecânicos de *push-out* e tração foram realizados em máquina de ensaios mecânicos (EMIC DL 2000). O tipo de falha foi avaliado por estereomicroscópio. Os dados foram submetidos à análise estatística por meio de ANOVA e teste de Tukey ( $\alpha = 0,05$ ).

**Resultados:** Maior RU foi observada após emprego de BS 5% para ambos os materiais ( $p < 0.05$ ). Não houve diferença estatística significativa entre os AD e SF. BD apresentou maior RU em comparação ao BCR ( $p < 0.05$ ). Predominância de falha mista foi observada para BD, enquanto para BCR apresentou mais falha adesiva.

**Conclusão:** Tratamento da dentina com solução de Biosilicato 5% aumenta a resistência de união entre dentina e biocerâmicos reparadores.

**Significância clínica:** O tratamento da dentina com Biosilicato 5% previamente ao uso de biocerâmicos reparadores influencia positivamente a resistência de união desses materiais.

**Palavras-chave:** Calcarea Silicata. Biomineralização. Materiais Dentários. Testes Mecânicos. Endodontia.

Souza PHF. Analysis of the material/dentin interface after different treatments and the interaction with bioceramic endodontic sealers and reparative materials [dissertação de mestrado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2024.

#### **ABSTRACT:**

This study evaluated the effect of treating dentin with Biosilicate (BS) solutions prior to the use of endodontic and reparative bioceramics materials. **Publication 1:** The effect of dentin treatment with BS solutions on dentin surface and bond strength with endodontic cements was evaluated. **Methodology:** Root canals of human teeth (n=20) were prepared and analyzed for dentinal tubule obliteration according to dentin treatment using Scanning Electron Microscopy (SEM). Bovine tooth roots were used to make circular discs measuring 20mm x 2mm (diameter x height), distributed according to dentin treatment: distilled water (DA), phosphate buffered saline (PBS), BS 2.5%, BS 5% and BS 10% and subdivided according to filling cements: Bio-C Sealer (BCS, Angelus, Brazil) (n=24) or BioRoot RCS (BR, Septodont, France) (n=24). Mechanical push-out and tensile tests were carried out on a mechanical testing machine (EMIC DL 2000). The type of failure was assessed using a stereomicroscope. The results were subjected to ANOVA and Tukey's test at a 5% significance level. **Results:** SEM revealed that treatment with BS resulted in greater deposition with coverage of bioactive material in dentin for BS at 5% and 10%. BS 2.5%, BS 5% and BS 10% promoted greater bond strength by the push-out test for BCS ( $p < 0.05$ ) while for BR there was no significant difference ( $p > 0.05$ ). The tensile test revealed greater bond strength after treatment with BS for both materials ( $p < 0.05$ ). A predominance of mixed failure was observed. **Conclusion:** 5% and 10% Biosilicate solutions demonstrate bioactive potential and greater bond strength with BCS and BR bioceramic sealers. **Publication 2:** The effect of dentin treatment with BS solutions on the RU of restorative materials was evaluated using push-out and tensile tests. **Materials and Methods:** Bovine tooth roots were used to make circular disks measuring 20mm x 2mm (diameter x height). The specimens were distributed according to the final dentin treatment (n=48): distilled water (AD), saline solution (SF) and BS 5%, and subdivided according to the materials: Bio-C Repair (BCR) (Angelus) (n=24) or Biodentine (BD) (Septodont) (n=24). Mechanical push-out and tensile tests were carried out on a mechanical testing machine (EMIC DL 2000). The type of failure was assessed using a stereomicroscope. The data was subjected to statistical analysis using ANOVA and Tukey's test ( $\alpha = 0.05$ ). **Results:** Greater RU was observed after using 5% BS for both materials ( $p < 0.05$ ). There was no statistically significant difference between AD and SF. BD showed greater RU compared to BCR ( $p < 0.05$ ). A predominance of mixed failure was observed for BD, while BCR showed more adhesive failure. **Conclusion:** Treatment of dentin with 5% biosilicate solution increases the bond strength between dentin and restorative bioceramics. **Clinical significance:** Treatment of dentin with 5% Biosilicate prior to the use of restorative bioceramics positively influences the bond strength of these materials.

**Keywords:** Calcearea Silicata. Biomineralization. Dental Materials. Mechanical Tests. Endodontics.

## SUMÁRIO

|                               |           |
|-------------------------------|-----------|
| <b>1 INTRODUÇÃO .....</b>     | <b>10</b> |
| <b>2 PROPOSIÇÃO .....</b>     | <b>15</b> |
| <b>3 PUBLICAÇÕES.....</b>     | <b>16</b> |
| <b>3.1 Publicação 1 .....</b> | <b>16</b> |
| <b>3.2 Publicação 2 .....</b> | <b>32</b> |
| <b>4 DISCUSSÃO .....</b>      | <b>43</b> |
| <b>5 CONCLUSÃO .....</b>      | <b>45</b> |
| <b>REFERÊNCIAS .....</b>      | <b>46</b> |
| <b>APÊNDICE A.....</b>        | <b>52</b> |
| <b>ANEXO A.....</b>           | <b>59</b> |

## 1 INTRODUÇÃO

A obturação do sistema de canais radiculares deve proporcionar selamento adequado evitando reinfecções e contribuir para o sucesso do tratamento<sup>1</sup>. Dessa forma, cimentos endodônticos desempenham importante papel no sucesso do tratamento e devem apresentar propriedades físico-químicas e mecânicas adequadas<sup>2,3</sup>, além de promover apropriada interface com a dentina<sup>4</sup>. Ocorrência de falhas de interface e *gaps* são frequentes na obturação de canais radiculares<sup>5</sup>, sendo difícil a obtenção de adaptação contínua e homogênea entre cimento e dentina radicular<sup>6</sup>. Vazios de interface representam impacto no selamento por possibilitar microinfiltração, viabilizar a reinfecção e persistência de lesões periapicais<sup>7</sup>.

Na busca de materiais que promovam melhor união entre cimento e a dentina radicular, cimentos biocerâmicos se destacam devido sua bioatividade<sup>8,9</sup>. A interação de materiais bioativos com os tecidos duros promove respostas biológicas específicas na interface com a formação de uma camada de hidroxiapatita carbonatada (HCA)<sup>10</sup>. Este tipo de interface é formada naturalmente no processo de reparo tecidual, apresentando estrutura semelhante a fase óssea mineral<sup>11</sup>.

Vidros bioativos foram desenvolvidos visando proporcionar capacidade osteoindutora aos materiais cerâmicos<sup>11</sup>. Modificações na microestrutura desses materiais foram propostas, fortalecendo as propriedades mecânicas, desenvolvendo cerâmicas vítreas bioativas, que são produzidas por meio de cristalização controlada de certos vidros<sup>11</sup>. Nesse contexto, Biosilicato® (BS) (Lamav, UFSCar, São Carlos, Brasil), uma composição específica de um grupo de cerâmicas vítreas totalmente cristalizadas obtidas por meio de tratamento térmico controlado, foi desenvolvido para aplicações médicas e odontológicas<sup>12,13</sup>. Biosilicato® foi proposto para tratamento da hipersensibilidade dentinária por meio da deposição de hidroxiapatita carbonatada (HCA) nos túbulos dentinários abertos<sup>12</sup>. Tirapelli et al.<sup>14</sup> avaliaram os efeitos do Biosilicato na oclusão de túbulos dentinários e observaram que as suas partículas induziram deposição de HCA nos túbulos expostos, sugerindo seu uso no tratamento da hipersensibilidade dentinária. Além disso, Martins et al.<sup>15</sup> avaliaram o efeito antimicrobiano desse material frente a microrganismos anaeróbios, microaerofílicos e anaeróbios facultativos, e relataram amplo espectro bacteriano

abrangendo até mesmo espécies anaeróbias, além de efetividade contra *E. faecalis*<sup>15,16</sup>.

Biosilicato apresenta importantes efeitos no metabolismo ósseo, como potencialização de reparo e consolidação de fraturas<sup>17</sup>, bioatividade, osteocondução e osteoindução<sup>16</sup>. Moura et al.<sup>18</sup> demonstraram que esse material apresentou capacidade de fortalecer a formação de tecido semelhante a osso *in vitro*, sugerindo possibilidade de aplicações em engenharia de tecido ósseo. Biosilicato foi avaliado no reparo ósseo de defeitos na tíbia de ratos<sup>19,20</sup>, demonstrando que após aplicação do biomaterial, a região do defeito ósseo apresentou propriedades biomecânicas melhoradas e reparo ósseo significativo comparado aos grupos controle e biovidro 45S5.

Queiroz et al.<sup>16</sup> relataram ausência de efeitos citotóxicos e genotóxicos, capacidade de alcalinização, além de redução do tempo de presa, melhor radiopacidade e solubilidade adequada para associações de cimento reparador biocerâmico com Biosilicato em diferentes concentrações. No entanto, não foram encontrados relatos do uso de Biosilicato no tratamento da dentina previamente a utilização de cimento biocerâmicos.

A reatividade química de Biosilicato é atribuída aos íons silicato e cálcio, que promovem diversas interações com diferentes substâncias<sup>21</sup>. Estudo anterior destaca a ligação entre as partículas de biovidro e a dentina<sup>22</sup>, evidenciando a migração de íons do vidro para a dentina e a presença de apatita na interface dentinária, sugerindo uma possível afinidade do colágeno dentinário pelo vidro<sup>22,23</sup>. Quando em contato com fluidos corporais, as partículas de biovidro passam por um processo de cinco etapas de reações<sup>21,24</sup>, levando à formação de uma camada de HCA em sua superfície<sup>14</sup>.

Cimentos à base de silicatos de cálcio se destacam por apresentar capacidade de presa e selamento em ambientes úmidos e contaminados por sangue, baixa citotoxicidade, biocompatibilidade, propriedades mecânicas adequadas e expansão volumétrica após presa, que pode contribuir para a capacidade de selamento<sup>25</sup>. Além disso, apresentam propriedades biológicas como capacidade de induzir diferenciação celular e bioatividade<sup>26,27</sup>, estimulando o reparo periapical<sup>28</sup>.

Torres et al.<sup>29</sup> avaliaram o efeito da imersão em água destilada e PBS na alteração volumétrica, solubilidade e presença de vazios de Bio-C Sealer, Sealer

Plus BC e TotaFill BC em comparação a AH Plus (AHP) (Dentsply, DeTrey GmbH, Konstanz, Alemanha), e relataram menor alteração volumétrica para AHP, dados que corroboram outro estudo<sup>30</sup>. Ainda que os cimentos de silicato de cálcio apresentaram valores superiores a AHP, são valores considerados como baixa alteração volumétrica<sup>29</sup>. O uso de fluidos corporais simulados oferece grande semelhança com as situações clínicas<sup>31</sup>, além de fornecer melhor compreensão dos componentes que serão liberados pelos cimentos endodônticos. A imersão de cimentos endodônticos biocerâmicos em solução salina tamponada com fosfato (PBS) levou à formação de precipitados de hidroxiapatita<sup>31,32</sup>. Os íons cálcio, principais íons liberados por esses materiais, interagem com o fosfato presente no PBS para formar hidroxiapatita<sup>32</sup>. A liberação de íons e formação desses precipitados são resultados de sua biocompatibilidade e bioatividade<sup>31,32</sup>. O acompanhamento da interação dos cimentos com os fluidos corporais simulados é relevante para melhor compreensão do comportamento dos cimentos ao longo do tempo<sup>29</sup>.

O Mineral Trióxido Agregado (MTA) é um cimento biocerâmico reparador considerado padrão ouro para vários procedimentos clínicos<sup>33</sup>. Inicialmente, foi desenvolvido para selamento de comunicações entre a cavidade pulpar e a superfície externa dentária<sup>33</sup>, mas suas indicações vão de capeamento pulpar direto, obturação retrógrada, apicigênese e apicificação, até tratamento de reabsorções internas e externas<sup>34</sup>. Sua vasta indicação está relacionada à sua biocompatibilidade, potencial antibacteriano, capacidade seladora e bioatividade<sup>28,35-37</sup>, sendo essa última atribuída à capacidade de formar precipitados de apatita carbonada na presença de PBS<sup>38-40</sup>. O radiopacificador presente em sua composição, o óxido de bismuto, pode prejudicar propriedades físico-químicas e biológicas do material<sup>41</sup>, como prejudicar sua resistência mecânica e influenciar na porosidade relativa do material<sup>42</sup>. Além disso, dificuldade de trabalho, manipulação e alto custo são relatados para esse material<sup>43</sup>. Para eliminar os efeitos da manipulação na reação de presa e simplificar o uso clínico, cimentos reparadores prontos para uso são desenvolvidos como uma possibilidade frente aos convencionais pó-líquido<sup>44</sup>. Bio-C Repair (Angelus, Londrina, PR, Brasil) e Biodentine (Septodont, França) são cimentos reparadores biocerâmicos, pronto para uso e pó líquido, respectivamente.

Biodentine (Septodont, França) é composto de silicato tricálcico, óxido de zircônio, carbonato de cálcio, cloreto de cálcio e polímero hidrossolúvel<sup>45-47</sup>, e merece destaque por suas propriedades físico-químicas e biológicas<sup>46,47</sup>. Biodentine apresenta adequada capacidade de selamento, alta resistência a compressão, baixa absorção e sorção de fluídos e apropriada resistência ao deslocamento<sup>48</sup>. Além disso mostrou propriedades biológicas como: biocompatibilidade e capacidade de estimular reparo por meio de tecido mineralizado<sup>46,47</sup>.

Bio-C Repair é composto de silicatos de cálcio, aluminato de cálcio, óxido de cálcio, óxido de zircônio, óxido de ferro, dióxido de silício e agente dispersante. Estudos prévios mostraram que Bio-C Repair apresentou indução de biomineralização, alta viabilidade celular, adesão e migração celular<sup>49,50</sup>. Além disso em estudo que avaliou propriedades físico-químicas desse cimento por meio de micro-CT<sup>51</sup>, Bio-C Repair apresentou melhor capacidade de preenchimento e baixa alteração volumétrica comparado a MTA HP (Angelus, Londrina, PR, Brasil). Rodrigues et al<sup>52</sup> relataram menor resistência de união ao *push-out* para BCR em relação à BD.

Adesão dos cimentos endodônticos é necessária para obter selamento tridimensional e assim melhorar o sucesso do tratamento endodôntico a longo prazo<sup>53</sup>. Portanto, aprimorar e otimizar as propriedades adesivas desses cimentos é de extrema importância para assegurar um selamento apropriado do canal radicular<sup>54-57</sup>. A resistência ao deslocamento, também conhecida como força de adesão, representa um parâmetro crucial e amplamente empregado na avaliação da qualidade da adesão interfacial entre os materiais endodônticos e a dentina intrarradicular<sup>58-60</sup>, e pode ser avaliada por meio do teste de *push-out*. É um teste confiável, prático, eficiente e válido para avaliar a integridade do material que está no canal radicular<sup>61</sup>, além de ser utilizado para estudar a relação entre cimentos e dentina por meio da análise da resistência de união existente nessa interface<sup>62,63</sup>. Além disso, é de grande representatividade da situação pós-tratamento, visto que com o dente em função um deslocamento da obturação poderia acontecer<sup>61</sup>. Sendo assim, adequada força de união entre cimento e dentina é essencial para manter a integridade da interface cimento-dentina durante o preparo para pinos e a flexão do dente<sup>64,65</sup>.

Cimentos à base de silicato de cálcio desencadeiam um processo de biomineralização que melhora a interface entre o cimento e a dentina por meio da

deposição de minerais<sup>63,66,67</sup>. Esse processo resulta na criação de uma camada interfacial que apresenta estruturas tipo *tag* na dentina intrarradicular o que sugere a capacidade de minimizar a infiltração<sup>40</sup> e exercer um impacto positivo na resistência ao deslocamento dos cimentos biocerâmicos<sup>66,68</sup>. Vários estudos<sup>58,59,69</sup> relataram a resistência de união desses cimentos ser inferior ao do cimento à base de resinas epóxi, AH Plus.

O entendimento de como novos biomateriais se comportam em relação às propriedades físicas é indispensável pensando nas aplicações clínicas e melhor entendimento sobre seu uso. Além disso, a solução formada pelas partículas de vidros bioativos em água destilada mostrou ser efetiva na oclusão de túbulos dentinários por meio de partículas minerais<sup>63</sup>, fato que pode sugerir que a elaboração de protocolos de tratamento prévio da dentina com biovidro pode ampliar a interação de cimentos reparadores com a dentina intrarradicular, contribuindo para melhor resistência de união e selamento.

## 2 PROPOSIÇÃO

Avaliar o efeito de protocolos de tratamento da dentina intrarradicular com soluções de Biosilicato para aplicação previamente ao uso de cimentos obturadores e reparadores biocerâmicos na união dentina/materiais biocerâmicos, e as modificações na superfície dentinária quanto a obliteração dos túbulos dentinários.

### 2.1 Objetivos Específicos

#### Publicação 1

a) Avaliar o efeito de protocolos de tratamento da dentina intrarradicular, com diferentes concentrações de Biosilicato (2,5%; 5% e 10%) quanto a obliteração de túbulos dentinários, por meio de análises em Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).

b) Avaliar o efeito do tratamento com diferentes concentrações de Biosilicato (2,5%; 5% e 10%) na dentina intrarradicular na união de cimentos biocerâmicos obturadores com a dentina, por meio de testes mecânicos de resistência de união ao *push-out* e à tração.

#### Publicação 2

a) Investigar o efeito dos tratamentos com solução de Biosilicato à 5% na resistência de união dentina/material reparador por meio dos testes mecânicos de *push-out* e tração.

## PUBLICAÇÕES

Essa pesquisa resultou nas seguintes publicações:

### 3.1 Publicação 1\*

#### **Efeito de soluções de Biosilicato na superfície dentinária e na resistência de união entre dentina e cimentos endodônticos biocerâmicos**

**Introdução:** O objetivo desse estudo foi avaliar o efeito do tratamento da dentina com soluções de Biosilicato (BS) na superfície dentinária e na resistência de união com cimentos endodônticos biocerâmicos. **Metodologia:** Canais radiculares de dentes humanos (n=20) foram preparados e analisados de acordo com os tratamentos de dentina por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). Raízes de dentes bovinos foram utilizadas para confecção de discos circulares de 20mm x 2mm (diâmetro x altura), distribuídos de acordo com o tratamento da dentina: água destilada (AD), solução salina tamponada com fosfato (PBS), solução de BS 2,5%, BS 5% e BS 10% e subdivididos de acordo com os materiais: Bio-C Sealer (BCS, Angelus, Brasil) (n=24) ou BioRoot RCS (BR, Septodont, França) (n=24). Testes mecânicos de push-out e tração foram realizados por meio de máquina de ensaios mecânicos (EMIC DL 2000). Os resultados foram submetidos à ANOVA e teste de Tukey, em nível de significância de 5%. **Resultados:** MEV revelou que o tratamento com BS resultou em maior deposição com cobertura de material bioativo na dentina para BS a 5% e 10%. Tratamentos com Biosilicato promoveram maior resistência de união ao push-out para BCS ( $p < 0.05$ ), enquanto para BR não houve diferença significativa ( $p > 0.05$ ). Teste de tração revelou maior resistência de união após os tratamentos com BS para ambos os materiais ( $p < 0.05$ ). Predominância de falha mista foi observada. **Conclusão:** Soluções de Biosilicato 5% e 10% demonstram potencial bioativo e influenciaram positivamente a resistência de união com os cimentos biocerâmicos BCS e BR.

**Palavras-Chave:** Vidro bioativo; Propriedades Mecânicas; Endodontia.

### Introdução

A obturação do sistema de canais radiculares visa proporcionar selamento e evitar a reinfecção endodôntica <sup>1</sup>. Cimentos de silicatos de cálcio apresentam propriedades bioativas e capacidade de formação de precipitados de hidroxiapatita carbonatada (HCA) <sup>2-4</sup>. HCA proveniente da interação entre cimento e solução salina tamponada com fosfato (PBS) é depositada entre as fibras colágenas da

---

\*Artigo formatado segundo as normas do periódico *Brazilian Oral Research* para o qual será submetido.

dentina <sup>2</sup> com formação de *tags* na interface cimento-dentina <sup>2</sup>, podendo melhorar a adesão entre diferentes substratos <sup>3</sup>.

Cimentos à base de silicato de cálcio se destacam pela biocompatibilidade <sup>5</sup>, bioatividade <sup>6</sup>, e podem apresentar retenção micromecânica na interface entre o cimento e a dentina <sup>7</sup>. A interface dentina radicular e o material obturador deve ser adequada <sup>8</sup> diminuindo a ocorrência de vazios e *gaps* <sup>9</sup> e prevenindo a reinfecção<sup>1</sup>. Sendo assim, maior resistência de união para cimentos biocerâmicos é desejável, uma vez que AH Plus (Dentsply Maillefer, Ballaigues, Suíça) apresenta maior resistência de união que cimentos biocerâmicos <sup>10,11</sup>.

Biosilicato® (BS) (Lamav, UFSCar, São Carlos, Brasil) é um biomaterial vitrocerâmico apresentado na forma de pó, tendo em sua composição óxido de sódio, óxido de cálcio, dióxido de silício e pentóxido de fósforo <sup>12</sup>. Sua fabricação ocorre pelo processo sol-gel, onde materiais precursores passam por hidrólise e condensação, com posterior moagem e ajuste do tamanho de partículas <sup>13</sup>. Sua forma BS-2P compreende duas fases cristalinas distintas, dissilicato de sódio e cálcio ( $\text{Na}_2\text{CaSi}_2\text{O}_6$ ) e fosfato de cálcio e sódio ( $\text{NaCaPO}_4$ ) <sup>12</sup>. BS apresenta elevada bioatividade, atividade bactericida e ausência de efeitos tóxicos <sup>14-16</sup>.

BS usado no tratamento da hipersensibilidade dentinária promove deposição de partículas minerais nos túbulos dentinários abertos <sup>15,17</sup>, levando a uma efetiva oclusão dessas estruturas <sup>15</sup>. BS apresenta potencial antimicrobiano amplo incluindo ação sobre *E. faecalis* <sup>16</sup>. Além de propriedades que incluem bioatividade, osteocondução e osteoindução <sup>18</sup>. A solução formada pelas partículas de BS em água destilada mostrou ter grande reatividade com a dentina intrarradicular <sup>17</sup>, resultando na formação de hidroxiapatita carbonatada (HCA) . Desta forma, de protocolos de aplicação na dentina de soluções com BS podem ampliar a interação de cimentos endodônticos biocerâmicos com a dentina, contribuindo para melhor selamento.

Bio-C Sealer (BCS) (Angelus, Londrina, PR, Brasil) é um cimento endodôntico biocerâmico pronto para uso, composto por silicatos de cálcio, aluminato de cálcio, óxido de cálcio, óxido de zircônio, óxido de ferro, dióxido de silício e agente dispersante. Resistência de união inferior à AH Plus foi relatada em diferentes estudos <sup>10,11</sup> após avaliação por meio do teste de *push-out*.

BioRoot™ RCS (BR) (Septodont, Saint-Maur-des-Fossés, França) é um cimento endodôntico biocerâmico composto de pó com silicato tricálcico, óxido de zircônio e povidona <sup>4</sup>, e líquido composto por uma solução aquosa de cloreto de cálcio com poliacrilato <sup>19</sup>. BioRoot™ RCS apresenta resistência de união semelhante ao AH Plus <sup>4</sup>, entretanto, força de união superior ao AH Plus foi relatada quando a irrigação da dentina foi realizada com 0,2% de quitosana e 1% de ácido peracético <sup>20</sup>.

O objetivo desse estudo foi avaliar o efeito de solução de Biosilicato na dentina antes da aplicação de cimentos endodônticos biocerâmicos. A hipótese nula é que não há diferença na resistência de união após o tratamento da dentina com Biosilicato em relação aos diferentes cimentos biocerâmicos.

## Materiais e Métodos

**Tabela 1** - Materiais, fabricantes, composição e proporção.

| <b>Materiais</b>   | <b>Fabricantes</b>                                                         | <b>Composição</b>                                                                                                                         | <b>Proporção</b>              |
|--------------------|----------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------|
| Biosilicato® (BS)  | Laboratório de Materiais Vítreos (Lamav) - UFSCar (São Carlos, SP, Brasil) | 23,75% Na <sub>2</sub> O, 23,75% CaO, 48,5% SiO <sub>2</sub> e 4% P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> (% em peso), micropartículas (D50 = 5µm). | Solução a 2,5, 5 e 10%        |
| Bio-C Sealer (BCS) | Angelus (Londrina, PR, Brasil)                                             | Silicatos de cálcio, aluminato de cálcio, óxido de cálcio, óxido de zircônio, óxido de ferro, dióxido de silício e agente de dispersão    | Pronto para uso               |
| BioRoot™ RCS (BR)  | Septodont (SaintMaur-des-Fosses, França)                                   | Pó: silicato tricálcico, óxido de zircônio e povidona. Líquido: solução aquosa de cloreto de cálcio e poliacrilato                        | Pó-Líquido (1 porção:5 gotas) |

Biosilicato (BS). Bio-C Sealer (BCS). BioRoot RCS (BR). Óxido de sódio (Na<sub>2</sub>O). Óxido de Silício (SiO<sub>2</sub>). Pentóxido de fósforo (P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>).

## **Cálculo amostral**

Sessenta incisivos bovinos com canais retos, ápice completamente formado e ausência de anomalias foram selecionados após exame usando sistema de radiografia digital Kodak (RVG 6100; Kodak Dental Systems, NY, EUA). O tamanho amostral foi calculado de acordo com efeito de 0,53, poder de 95% e um erro de 5% pelo software G\*Power 3.1 para Windows, baseado em estudo prévio <sup>21</sup>. O n por grupo foi de 12 para análise de resistência de união ao *push-out* e por tração.

## ***Análise em MEV do tratamento da dentina em dentes humanos***

Vinte incisivos inferiores extraídos, com canal único e reto, foram selecionados após radiografia digital (Kodak RVG 6100, Kodak Dental Systems, NY, EUA) e aprovação pelo Comitê de Ética em Pesquisa da Faculdade de Odontologia de Araraquara (CAAE: 74733623.2.0000.5416). Os canais radiculares foram explorados com Lima K 10 (Dentsply Sirona, Suíça), estabelecendo comprimento de preparo 1 mm aquém do forame apical.

O preparo dos canais foi realizado com instrumento único 25/.12 Hyflex EDM (Coltene, Suíça) a velocidade de 500 RPM e torque de 2Ncm, em movimento rotatório, e irrigação com NaOCl a 2,5% (5 mL), utilizando seringa de irrigação Ultradent (South Jordan, UT, USA) com agulha Navitip 30-G (Ultradent Products). A limpeza final foi realizada com 5mL de NaOCL 2,5%, 3mL de EDTA a 17% (Biodinâmica, Ibiporã, PR, BR) e 5 mL água destilada, que foram agitados com instrumento Easy Clean, acoplado a baixa rotação de com protocolos de: 3 x 20 segundos para cada solução. Os dentes foram seccionados longitudinalmente e divididos entre os grupos: água destilada (AD), solução salina tamponada (PBS), solução de BS a 2,5% (BS 2,5%), solução de BS a 5% (BS 5%) e solução de BS a 10% (BS 10%). Os protocolos de irrigação final foram realizados com imersão por 3 minutos de acordo com cada grupo: água destilada (AD), PBS (PBS), BS a 2,5% (BS 2,5%), BS a 5% (BS 5%) e BS a 10% (BS 10%).

As raízes foram divididas em 2 partes transversais e 2 partes longitudinais, gerando 4 faces para análise de cada terço, com 4 áreas analisadas de cada amostra, gerando total de 12 análises para cada amostra tanto para o estudo de análise da superfície tratada como após 28 dias imersos em PBS com a finalidade de avaliar sua bioatividade. As análises foram realizadas em microscopia eletrônica

de varredura (MEV) (JEOL JSM-6610LV, Tóquio, Japão). Os escores definidos foram: Escore 0: superfície dentinária com túbulos abertos; Escore 1: superfície dentinária com túbulos parcialmente abertos ( $\geq 50\%$ ); Escore 2: superfície com cobertura parcial de BS na parede dentinária e sem túbulos abertos; Escore 3: superfície com cobertura parcial de material bioativo na parede dentinária e sem túbulos abertos; Escore 4 : superfície com cobertura total de BS na parede dentinária e sem túbulos abertos; Escore 5: superfície com cobertura total de material bioativo na parede dentinária e sem túbulos abertos (Figura 1).

### ***Resistência de união ao Push-Out***

Raízes de dentes bovinos foram seccionadas com 2 mm de espessura na máquina de corte Isomet 1000 (Buehler Ltda, Lake Bluff, IL, EUA). O preparo do canal radicular foi realizado com broca carbide tronco-cônica nº702 (Vortex, Produtos Odontológicos, São Paulo, BR) posicionadas em dispositivo delineador para padronização nos dois lados do espécime, buscando obter um preparo cilíndrico.

Os espécimes foram divididos em 5 grupos experimentais ( $n = 24$ ) de acordo com o tratamento: irrigação de 5mL de NaOCl a 2,5%, seguido de imersão em EDTA a 17% por 3 minutos, e por fim, imersão em 15mL da solução por 3 minutos (AD, PBS, BS 2,5%, BS 5% e BS 10%). Os espécimes foram subdivididos em dois grupos ( $n=12$ ) preenchidos com BCS com auxílio de agulhas do cimento, ou BR utilizando um kit de condensadores (Ref.: 324501, nºs 2, 3 e 4; Golgran; São Caetano do Sul, SP, Brasil). As amostras foram mantidas em estufa a 37°C e umidade relativa próxima de 95% por 7 dias.

A avaliação por *push-out* foi realizada utilizando máquina de testes mecânicos (EMIC) (DL-Digital Line, EMIC, Paraná, Brasil) com célula de carga de 200N operando a uma velocidade constante de 0,5 mm/min e haste com ponta cilíndrica de diâmetro de 1,3 mm. Carga constante foi aplicada para avaliar o deslocamento do material obturador. 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:  $(\pi r) \times L$ , onde  $L = \sqrt{2r+h^2}$ ;  $\pi$  é a constante 3.14, r é

a medida do raio do canal radicular padronizado, e  $h$  é a espessura de cada secção, em mm, medida com um paquímetro digital (Mitutoyo, Suzano, SP, Brasil).

### ***Resistência de união à tração***

Blocos de dentina radicular de raízes de incisivos bovinos seccionadas longitudinalmente (Isomet 1000, Buelher) foram confeccionados com 4,5 mm x 2 mm (diâmetro x altura) por meio de uma furadeira com uma serra copo diamantada de 8 mm de diâmetro externo (Lotus, Espírito Santo, Brasil). Sistema padronizado para adaptação do contato entre espécimes de dentina radicular e o cimento foi desenvolvido, onde cada disco de dentina radicular foi encaixado com uma réplica negativa que continha o espaço para o cimento obturador

O tratamento padrão da superfície dentinária radicular foi realizado por meio de imersões em 15mL por 3 minutos em NaOCl a 2,5%, seguida de EDTA a 17%, e água destilada. Na sequência o tratamento final da dentina foi realizado com solução de tratamento final de cada grupo: água destilada, PBS, BS 2,5%, BS 5% ou BS 10%. Posteriormente, filtro de papel (Melitta do Brasil, São Paulo, BR) foi posicionado sobre a superfície dentinária por 10 segundos. A subdivisão dos espécimes e a maneira de preenchimento seguiu o mesmo protocolo citado anteriormente. Após o preenchimento com BCS ou BR, os espécimes foram mantidos a 37°C em umidade relativa por 24 horas, seguido da imersão por 6 dias em água destilada a 37°C.

EMIC foi utilizada para o ensaio mecânico de tração empregando dispositivo desenvolvido para o teste. A tração foi realizada com célula de carga de 100N à velocidade de 0,5 mm/min. Tensão máxima suportada pela união dentina/material, em MPa, forneceu os resultados de resistência de união.

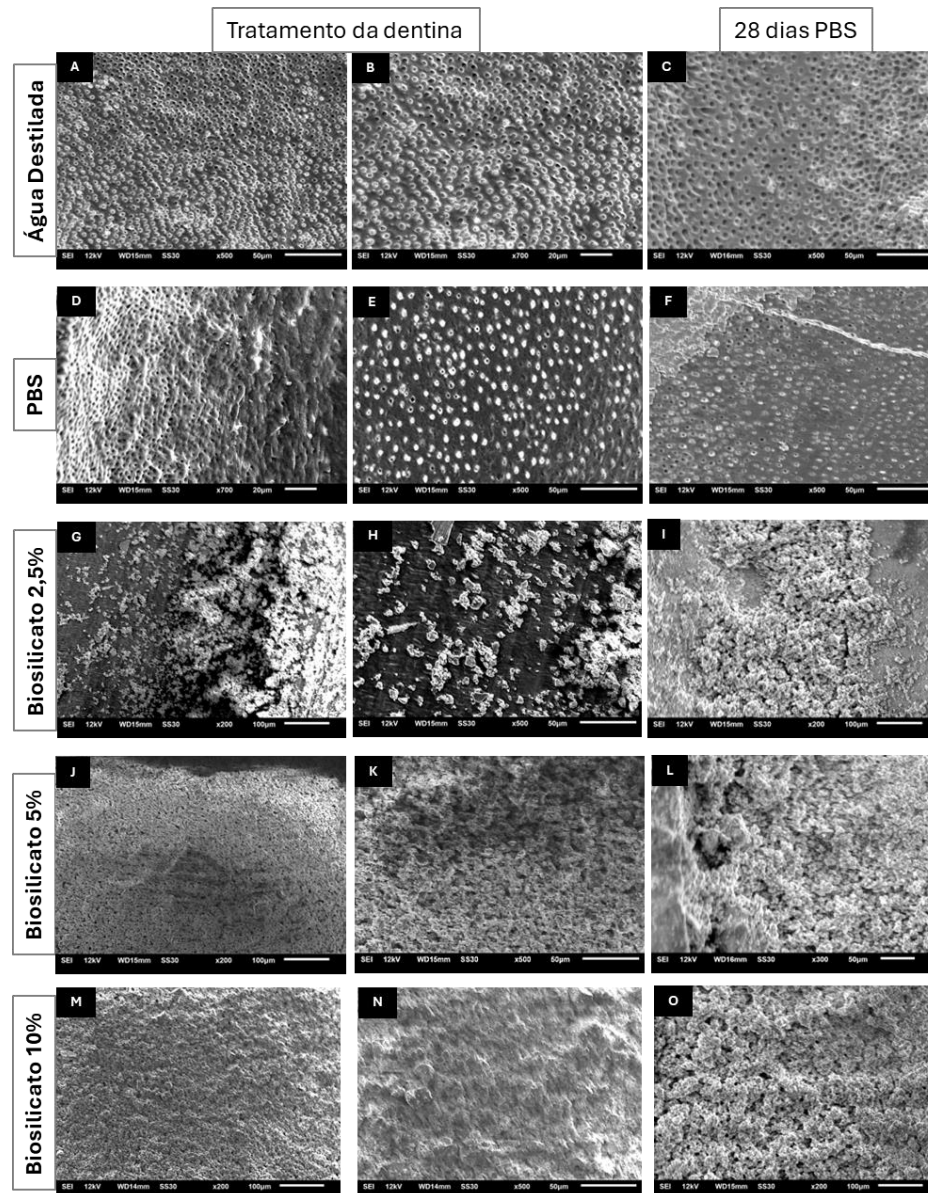
Após a realização dos testes de push-out e tração, foi realizada análise qualitativa em estereomicroscópio, para avaliação do modo de falha, sendo classificados em adesivo (paredes dentinárias estiveram sem cimento endodôntico), coesivo (manutenção do cimento endodôntico nas paredes dentinárias) ou misto (com ambos os padrões de falha).

## Análises Estatísticas

Os dados obtidos foram submetidos ao teste de normalidade de Shapiro-Wilk e ANOVA com análise post-hoc de Tukey ( $\alpha=0,05$ ).

## Resultados

### Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)



**Figura 1:** Imagens em microscopia eletrônica de varredura em aumentos representados na barra de cada figura. Letras A e B representam o grupo de tratamento de dentina com água destilada e letra C representa o mesmo grupo após imersão em PBS por 28 dias. Letras D e E representam o grupo de tratamento de dentina com PBS e letra F representa o mesmo grupo após imersão em PBS por 28 dias. Letras G e H representam o grupo de tratamento de dentina com BS a 2,5% e letra I representa o mesmo grupo após imersão em PBS por 28 dias. Letras J e K representam o grupo de tratamento de dentina com BS a 5% e letra L representa o mesmo grupo após imersão em PBS por 28 dias. Letras M e N representam o grupo de tratamento de dentina com BS a 10% e letra O representa o mesmo grupo após imersão em PBS por 28 dias.

O uso de água destilada após EDTA demonstrou túbulos dentinários expostos tanto na primeira análise quanto após 28 dias em PBS, sem deposição de material bioativo. Sendo classificado como escore 0. (Figura 1 -A, B e C). Aplicação do PBS promoveu alguns túbulos obliterados e imersão em PBS promoveu maior quantidade de túbulos obliterados. Sendo classificado como escore 1. (Figura 1 - D, E e F). O grupo tratado com BS a 2,5% demonstrou no tratamento deposição de Biosilicato aderido à dentina, classificado como escore 2 (Figura 1 - G e H) e após a imersão em PBS por 28 dias, aumento significativo de deposição de material bioativo, provavelmente pela reação química entre o BS e PBS, sendo classificado como Escore 3. (Figura 1 - I). Os grupos tratados com BS a 5 e 10%, foram semelhantes tanto na deposição de BS quanto após a imersão. Em ambos ocorreu cobertura total da dentina por BS e percebe-se grande deposição de material bioativo, sendo classificado por escore 4 para tratamento e escore 5 para os grupos pós imersão com grande deposição de material bioativo. (Figura 1 -J, K, L, M, N e O).

### ***Push-out***

A Tabela 2 mostra que para o teste de *push-out* houve diferença estatística apenas para resistência de união (RU) de Bio-C Sealer (BCS) após o tratamento da dentina com BS nas diferentes concentrações ( $p < 0.05$ ), enquanto para BioRoot RCS (BR) não foram encontradas diferenças significativas na RU após o tratamento proposto ( $p > 0.05$ ). Na análise do mesmo tratamento em relação aos diferentes cimentos, não se observou diferença estatisticamente significativa em nenhum dos grupos. O modo de falha mais predominante entre os diferentes tratamentos foi misto para ambos os materiais (Tabela 3). BCS apresentou mais falhas adesivas comparado a BR.

**Tabela 2** - Média e  $\pm$  desvio padrão do percentual da resistência de união ao Push-Out dos cimentos BioRoot RCS ou Bio-C Sealer após tratamento com Água destilada, PBS, BS 2,5%, BS 5% e BS 10%.

|          |     | AD                                | PBS                               | BS 2,5%                           | BS 5,0%                           | BS 10,0%                          |
|----------|-----|-----------------------------------|-----------------------------------|-----------------------------------|-----------------------------------|-----------------------------------|
| Push-Out | BR  | 0.78 ( $\pm 0.43$ ) <sup>aA</sup> | 0.90 ( $\pm 0.30$ ) <sup>aA</sup> | 1.25 ( $\pm 0.66$ ) <sup>aA</sup> | 1.19 ( $\pm 0.42$ ) <sup>aA</sup> | 1.26 ( $\pm 0.44$ ) <sup>aA</sup> |
|          | BCS | 0.53 ( $\pm 0.38$ ) <sup>aA</sup> | 0.75 ( $\pm 0.37$ ) <sup>aA</sup> | 1.08 ( $\pm 0.45$ ) <sup>bA</sup> | 1.13 ( $\pm 0.49$ ) <sup>bA</sup> | 1.13 ( $\pm 0.44$ ) <sup>bA</sup> |
| Tração   | BR  | 0.24 ( $\pm 0.10$ ) <sup>a</sup>  | 0.49 ( $\pm 0.23$ ) <sup>b</sup>  | 0.48 ( $\pm 0.16$ ) <sup>b</sup>  | 0.89 ( $\pm 0.24$ ) <sup>c</sup>  | 0.80 ( $\pm 0.21$ ) <sup>c</sup>  |
|          | BCS | 0.08 ( $\pm 0.03$ ) <sup>a</sup>  | 0.14 ( $\pm 0.08$ ) <sup>ab</sup> | 0.36 ( $\pm 0.19$ ) <sup>b</sup>  | 0.78 ( $\pm 0.24$ ) <sup>c</sup>  | 0.76 ( $\pm 0.30$ ) <sup>c</sup>  |

Diferentes letras minúsculas sobrescritas na mesma linha indicam diferença estatística para o percentual da resistência de união entre os grupos. Diferentes letras maiúsculas sobrescritas na mesma coluna indicam diferença estatística para o percentual de resistência de união entre os cimentos endodônticos. Água Destilada (AD). Solução salina tamponada com fosfato (PBS). Biosilicato (BS). BioRoot RCS (BR). Bio-C Sealer (BCS).

### Tração

A Tabela 2 demonstra diferença estatística significativa para a RU de BR após os tratamentos da dentina com BS nas diferentes concentrações ( $p < 0.05$ ). Valores significativos de RU foram encontrados entre todas as comparações com AD ( $p < 0.05$ ). Não foram encontradas diferenças significantes entre PBS e BS 2,5%, e BS 5,0% e BS 10,0% ( $p > 0.05$ ).

Para BCS, foram encontrados valores estatisticamente significativos de RU entre todas as comparações com AD ( $p < 0.05$ ), com exceção da comparação com PBS ( $p > 0.05$ ). Na comparação de PBS com os grupos experimentais, não foram encontradas diferenças significantes apenas na comparação com BS 2,5% ( $p > 0.05$ ). Valores similares de RU foram encontrados para BS 5,0% e BS 10,0% ( $p > 0.05$ ). O modo de falha que predominou no teste de tração para os dois materiais foi adesivo (Tabela 3).

**Tabela 3** – Frequência (%) dos modos de falha entre os grupos experimentais para os testes de resistência de união ao push-out e à tração dos cimentos BioRoot RCS e Bio-C Sealer

|                 | Modo de Falha      | AD   | PBS | BS 2,5% | BS 5% | BS 10% |
|-----------------|--------------------|------|-----|---------|-------|--------|
| <b>Push-Out</b> | Misto              | 75%  | 66% | 42%     | 58%   | 67%    |
|                 | <b>BR</b> Adesivo  | -    | 8%  | 8%      | -     | -      |
|                 | Coesivo            | 25%  | 26% | 50%     | 42%   | 33%    |
|                 | Misto              | 42%  | 42% | 58%     | 58%   | 33%    |
|                 | <b>BCS</b> Adesivo | -    | 25% | 42%     | 8%    | 17%    |
|                 | Coesivo            | 58%  | 33% | -       | 34%   | 50%    |
| <b>Tração</b>   | Misto              | -    | 17% | 17%     | 33%   | 9%     |
|                 | <b>BR</b> Adesivo  | 100% | 83% | 83%     | 50%   | 82%    |
|                 | Coesivo            | -    | -   | -       | 17%   | 9%     |
|                 | Misto              | -    | 17% | 33%     | 17%   | 8%     |
|                 | <b>BCS</b> Adesivo | 100% | 83% | 67%     | 75%   | 82%    |
|                 | Coesivo            | -    | -   | -       | 8%    | 10%    |

Ausência do modo de falha (-). Água Destilada (AD). Solução salina tamponada com fosfato (PBS). Biosilicato (BS). BioRoot RCS (BR). Bio-C Sealer (BCS).

## Discussão

A análise em MEV demonstra diferença entre os tratamentos da dentina com AD, PBS e BS em diferentes concentrações. AD não demonstrou deposição de material com potencial bioativo, conforme esperado, enquanto PBS apresentou deposição mínima. Irrigação com BS a 2,5% demonstrou uma deposição significativa sobre a dentina, e após a imersão em PBS, houve expressão do potencial bioativo, com deposição parcial sobre a dentina. Biosilicato a 5% e 10% exibiram resultados semelhantes, com cobertura completa da dentina e deposição significativa de material bioativo após a imersão em 28 dias em PBS.

Resultados do presente estudo confirmam o potencial bioativo do Biosilicato<sup>22,23</sup>. Corroborando nossos achados, Souza *et al*<sup>23</sup> demonstraram que o tratamento com BS, promove precipitados de partículas bioativas após imersão em fluido corporal simulado (SBF), indicando processo de biomineralização. Tirapelli *et al*<sup>22</sup> relataram a oclusão de túbulos dentinários com formação de hidroxiapatita carbonatada (HCA) após tratamentos com BS em discos de dentina e imersão em saliva artificial. Processo de biomineralização semelhante é observado em cimentos endodônticos biocerâmicos quando em contato com PBS<sup>2-4</sup>, sugerindo que a RU

dos cimentos endodônticos à base de silicato de cálcio possa ser significativamente aumentada.

Diversos estudos avaliaram a resistência de união de cimentos de silicato de cálcio <sup>3,4,24</sup>. O presente estudo avaliou a resistência de união de cimentos endodônticos utilizando obturação sem guta-percha, visto que os cimentos endodônticos apresentam adesão química e física com a dentina maiores que com a guta-percha <sup>4,25</sup>. Nessa metodologia exclui-se o efeito negativo que a deformação plástica da guta-percha pode exercer sobre a força de união <sup>25</sup>.

O emprego da solução de BS na dentina promoveu maior resistência de união com a dentina pelo teste push-out para BCS em todas as concentrações, enquanto para BR não foram encontradas diferenças significativas. Cimentos endodônticos biocerâmicos necessitam de umidade para reação de presa <sup>26</sup>. Cimentos endodônticos biocerâmicos estão disponíveis em composição pó-líquido e prontos para uso, os quais dependem da umidade dos túbulos dentinários para que a reação de presa aconteça <sup>26,27</sup>. Durante reação de hidratação, dissilicato de cálcio e trissilicato de cálcio interagem com água, resultando em silicato de cálcio hidratado e hidróxido de cálcio <sup>26</sup>. Cimentos pronto para uso apresentam tempo de presa maior em comparação aos pó-líquido <sup>27,28</sup>, fato que pode sugerir maior interação química com BS, justificando a maior força de união para BCS. No caso de cimentos pó-líquido, onde a hidratação é mais rápida <sup>27,28</sup>, menor tempo de interação de BR com BS pode ter ocorrido, com menor efeito na força de união no teste de push-out.

Maior resistência de união no teste de tração foi observada após emprego do Biosilicato, para ambos os cimentos. Esses resultados podem ser relacionados com a disposição dos túbulos dentinários para cada modelo experimental <sup>29</sup>. No teste de push-out, os cimentos são colocados diretamente em canais preparados <sup>30</sup> mantando a disposição dos túbulos dentinários <sup>29,30</sup>. Além disso, a carga é aplicada mais próxima de perpendicularmente aos túbulos dentinários <sup>29</sup>, o que mimetiza as tensões encontradas em situações clínicas <sup>29,31</sup>. Entretanto, no teste de tração, os materiais são colocados sobre dentina preparada com anatomia e disposição de túbulos modificados <sup>29,32</sup>, e a força é aplicada axialmente, deslocando diretamente o material da dentina <sup>32</sup>.

Biosilicato apresenta capacidade de reatividade química <sup>12</sup>. A presença dos íons silicato e cálcio é responsável por esta propriedade <sup>12,13</sup>, promovendo interações químicas diversificadas com uma variedade de substâncias <sup>12</sup>. A ligação entre as partículas de biovidro e a dentina <sup>33</sup> foram observadas por meio de análises químicas e microdifractometria que demonstraram a presença de íons do vidro na dentina e apatita na interface dentinária <sup>33</sup>, sugerindo possível afinidade do colágeno dentinário pelo biomaterial <sup>34</sup>. Além disso, foi observada in vitro a capacidade de partículas de Biosilicato induzirem a oclusão dos túbulos dentinários <sup>22</sup>, resultado da formação e deposição de HCA iniciado pelo BS dentro de túbulos dentinários <sup>22</sup>.

Quando em contato com fluidos corporais, as partículas de vidro bioativo desencadeiam a formação de uma camada de HCA em sua superfície <sup>12,22</sup>. Esse processo, como sugerido por Hench <sup>35</sup>, ocorre em quatro estágios <sup>12,35</sup>. No primeiro, há a liberação de íons alcalinos, aumentando o pH provocando a quebra das ligações das partículas vítreas, liberando silício <sup>12</sup>. Em seguida, com o pH abaixo de 9,5, ocorre a condensação do silício, formando uma camada de sílica gel <sup>12</sup>. Os íons de cálcio e fosfato difundem-se do vidro e, junto com outros íons, formam uma camada de fosfato de cálcio amorfo sobre a sílica gel <sup>12</sup>. Posteriormente, com a incorporação de carbonato, essa camada amorfa começa a cristalizar em HCA <sup>12</sup>. Cimentos à base de silicato de cálcio também apresentam capacidade de formar HCA quando em contato com PBS <sup>2-4</sup>. Esse processo de biomineralização promove a deposição de minerais na interface cimento-dentina <sup>2,3</sup>, melhorando a adesão entre esses substratos, o que sugere uma possível interação entre esses materiais.

Sugere-se que com os resultados apresentados, a aplicação do BS como irrigante final pode melhorar a RU de cimentos biocerâmicos. Dessa forma, estudos adicionais que avaliem o impacto no selamento da obturação dos canais radiculares são necessários.

## **Conclusão**

Conclui-se que o uso da solução de Biosilicato no tratamento da dentina demonstra potencial bioativo e influenciou positivamente a resistência de união dos cimentos biocerâmicos Bio-C Sealer e BioRoot RCS.

## Agradecimentos

Este trabalho foi apoiado em parte pela Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) - Código de Financiamento 001 e foi apoiado pela Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo - FAPESP (bolsas números 2022/11710-8 e 2021/11496-3).

## Referências

1. Ricucci D, Lin LM, Spangberg LS. Wound healing of apical tissues after root canal therapy: a long-term clinical, radiographic, and histopathologic observation study. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod.* 2009; 108(4): 609-21.
2. Reyes-Carmona JF, Felipe MS, Felipe WT. Biomineralization ability and interaction of mineral trioxide aggregate and white portland cement with dentin in a phosphate-containing fluid. *J Endod.* 2009; 35(5): 731-6.
3. 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.
4. Retana-Lobo C, Tanomaru-Filho M, Guerreiro-Tanomaru JM, Benavides-Garcia M, Hernandez-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; 2021(6617930).
5. 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.
6. Giacomino CM, Wealleans JA, Kuhn N, Diogenes A. Comparative Biocompatibility and Osteogenic Potential of Two Bioceramic Sealers. *J Endod.* 2019; 45(1): 51-6.
7. Rekha R, Kavitha R, Venkitachalam R, Prabath SV, Deepthy S, Krishnan V. Comparison of the sealing ability of bioceramic sealer against epoxy resin based sealer: A systematic review & meta-analysis. *J Oral Biol Craniofac Res.* 2023; 13(1): 28-35.
8. Vivan RR, Guerreiro-Tanomaru JM, Bosso-Martelo R, Costa BC, Duarte MA, Tanomaru-Filho M. Push-out Bond Strength of Root-end Filling Materials. *Braz Dent J.* 2016; 27(3): 332-5.
9. Gandolfi MG, Parrilli AP, Fini M, Prati C, Dummer PM. 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.

10. Escobar PM, Silva-Sousa AC, Camargo RV, Simoes-Carvalho M, Silva-Sousa YT, Mazzi-Chaves JF, et al. Influence of bioceramic intracanal medication on the bond strength of bioceramic root canal sealer. *Braz Oral Res.* 2023; 37: e056.
11. Pelozo LL, Souza-Gabriel AE, Alves Dos Santos GN, Camargo RV, Lopes-Olhe FC, Sousa-Neto MD, et al. Canal Drying Protocols to Use with Calcium Silicate-based Sealer: Effect on Bond Strength and Adhesive Interface. *J Endod.* 2023; 49(9): 1154-60.
12. Crovace MC, Souza MT, Chinaglia CR, Peitl O, Zanotto ED. Biosilicate®—A multipurpose, highly bioactive glass-ceramic. In vitro, in vivo and clinical trials. *Journal of Non-Crystalline Solids.* 2016; 432(90-110).
13. C. Ravagnani OP EDZ, E. H. G. Lara, and H. Panzeri, H. . "Process and compositions for preparing particulate, bioactive or resorbable biosilicates for use in the treatment of oral aliments," *Classificação Internacional C03C10/00, INPI 03006441,*.
14. Magalhaes GAP, Thomson JJ, Smoczner C, Young LA, Matos AO, Pacheco RR, et al. Effect of Biosilicate((R)) Addition on Physical-Mechanical and Biological Properties of Dental Glass Ionomer Cements. *J Funct Biomater.* 2023; 14(6):
15. Tirapelli C, Panzeri H, Lara EH, Soares RG, Peitl O, Zanotto ED. The effect of a novel crystallised bioactive glass-ceramic powder on dentine hypersensitivity: a long-term clinical study. *J Oral Rehabil.* 2011; 38(4): 253-62.
16. Martins CH, Carvalho TC, Souza MG, Ravagnani C, Peitl O, Zanotto ED, et al. Assessment of antimicrobial effect of Biosilicate(R) against anaerobic, microaerophilic and facultative anaerobic microorganisms. *J Mater Sci Mater Med.* 2011; 22(6): 1439-46.
17. C. Ravagnani OP, E. D. Zanotto, E. H. G. Lara, and H. Panzeri, H. "Process and compositions for preparing particulate, bioactive or resorbable biosilicates for use in the treatment of oral aliments," *Classificação Internacional C03C10/00, INPI 03006441, Universidade Federal de São Carlos; Universidade de São Paulo, São Carlos, Brazil, 2004.*
18. Zimmermann G, Muller U, Wentzensen A. The value of laboratory and imaging studies in the evaluation of long-bone non-unions. *Injury.* 2007; 38 Suppl 2(S33-7).
19. Prullage RK, Urban K, Schafer E, Dammaschke T. Material Properties of a Tricalcium Silicate-containing, a Mineral Trioxide Aggregate-containing, and an Epoxy Resin-based Root Canal Sealer. *J Endod.* 2016; 42(12): 1784-8.
20. Srivastava A, Yadav DS, Rao M, Rao HM, Arun A, Siddique R. Evaluation of push-out bond strength of BioRoot RCS and AH Plus after using different irrigants: An in vitro study. *J Conserv Dent.* 2020; 23(1): 26-31.
21. Lucas CP, Viapiana R, Bosso-Martelo R, Guerreiro-Tanomaru JM, Camilleri J, Tanomaru-Filho M. Physicochemical Properties and Dentin Bond Strength of a Tricalcium Silicate-Based Retrograde Material. *Braz Dent J.* 2017; 28(1): 51-6.

22. Tirapelli C, Panzeri H, Soares RG, Peitl O, Zanotto ED. A novel bioactive glass-ceramic for treating dentin hypersensitivity. *Braz Oral Res.* 2010; 24(4): 381-7.
23. Souza AF, Souza MT, Damasceno JE, Ferreira PVC, Alves de Cerqueira G, Baggio Aguiar FH, et al. Effects of the Incorporation of Bioactive Particles on Physical Properties, Bioactivity and Penetration of Resin Enamel Infiltrant. *Clin Cosmet Investig Dent.* 2023; 15(31-43).
24. Donnermeyer D, Vahdat-Pajouh N, Schafer E, Dammaschke T. Influence of the final irrigation solution on the push-out bond strength of calcium silicate-based, epoxy resin-based and silicone-based endodontic sealers. *Odontology.* 2019; 107(2): 231-6.
25. Barbizam JV, Trope M, Tanomaru-Filho M, Teixeira EC, Teixeira FB. Bond strength of different endodontic sealers to dentin: push-out test. *J Appl Oral Sci.* 2011; 19(6): 644-7.
26. Camilleri J. Classification of hydraulic cements used in dentistry. *Frontiers in dental medicine.* 2020; 1(9).
27. Ozlek E, Gunduz H, Akkol E, Neelakantan P. Dentin moisture conditions strongly influence its interactions with bioactive root canal sealers. *Restor Dent Endod.* 2020; 45(2): e24.
28. Janini ACP, Pelepenko LE, Gomes B, Marciano MA. Physico-chemical properties of calcium silicate-based sealers in powder/liquid and ready-to-use forms. *Braz Dent J.* 2022; 33(5): 18-25.
29. Pane ES, Palamara JE, Messer HH. Critical evaluation of the push-out test for root canal filling materials. *J Endod.* 2013; 39(5): 669-73.
30. Sousa-Neto MD, Silva Coelho FI, Marchesan MA, Alfredo E, Silva-Sousa YT. Ex vivo study of the adhesion of an epoxy-based sealer to human dentine submitted to irradiation with Er : YAG and Nd : YAG lasers. *Int Endod J.* 2005; 38(12): 866-70.
31. Huffman BP, Mai S, Pinna L, Weller RN, Primus CM, Gutmann JL, et al. Dislocation resistance of ProRoot Endo Sealer, a calcium silicate-based root canal sealer, from radicular dentine. *Int Endod J.* 2009; 42(1): 34-46.
32. Goracci C, Tavares AU, Fabianelli A, Monticelli F, Raffaelli O, Cardoso PC, et al. The adhesion between fiber posts and root canal walls: comparison between microtensile and push-out bond strength measurements. *Eur J Oral Sci.* 2004; 112(4): 353-61.
33. Forsback AP, Areva S, Salonen JI. Mineralization of dentin induced by treatment with bioactive glass S53P4 in vitro. *Acta Odontol Scand.* 2004; 62(1): 14-20.
34. Efflandt SE, Magne P, Douglas WH, Francis LF. Interaction between bioactive glasses and human dentin. *J Mater Sci Mater Med.* 2002; 13(6): 557-65.

35. Hench LL. An introduction to bioceramics. World scientific; 1993.

### 3.2 PUBLICAÇÃO 2\*

#### Efeito de soluções de Biosilicato sobre a dentina na resistência de união com materiais reparadores biocerâmicos

**Objetivos:** O objetivo desse estudo foi avaliar o efeito do tratamento da dentina com soluções de Biosilicato (BS) na resistência de união (RU) de materiais reparadores por meio de testes *push-out* e tração. **Materiais e Métodos:** Raízes de dentes bovinos foram utilizadas para confecção de discos circulares de 20mm x 2mm (diâmetro x altura). Os espécimes foram distribuídos de acordo com tratamento final da dentina (n=48): água destilada (AD), soro fisiológico (SF) e solução de BS 5% (BS 5%), e subdivididos de acordo com os materiais: Bio-C Repair (BCR) (Angelus) (n=24) ou Biodentine (BD) (Septodont) (n=24). Ensaio mecânicos de *push-out* e tração foram realizados por meio de máquina de ensaios mecânicos (EMIC DL 2000, São José dos Pinhais, Brasil). O tipo de falha foi avaliado por estereomicroscópio. Os dados foram submetidos à análise estatística por meio de ANOVA e teste de Tukey ( $\alpha= 0,05$ ). **Resultados:** Maior RU foi observada após emprego de BS 5% para ambos os materiais ( $p<0.05$ ). Não houve diferença estatística significativa entre os AD e SF. BD apresentou maior RU em comparação à BCR ( $p<0.05$ ). Predominância de falha mista foi observada para BD, enquanto para BCR apresentou mais falha adesiva. **Conclusão:** Tratamento da dentina com solução de Biosilicato 5% aumenta a resistência de união entre dentina e biocerâmicos reparadores. **Significância clínica:** O tratamento da dentina com Biosilicato 5% antes do uso de biocerâmicos reparadores influencia positivamente a resistência de união desses materiais, podendo proporcionar melhor selamento na interface material/dentina.

**Palavras-chave:** Biovidro; Materiais Dentários; Testes Mecânicos; Endodontia.

#### Introdução

Materiais biocerâmicos reparadores são utilizados para procedimentos endodônticos regenerativos, tratamentos de dentes com rizogênese incompleta, retrobturação e perfurações radiculares [1, 2]. Adaptação de entre material reparador e dentina radicular é desejável visando selamento e menor microinfiltração [3]. Falhas na interface entre a dentina e materiais endodônticos podem prejudicar o sucesso do tratamento [4, 5]. O potencial bioativo dos cimentos à base de silicatos de cálcio quando em contato com a dentina promove formação de camada interfacial

---

\* Artigo formato segundo as normas do periódico *Clinical Oral Investigations* para o qual será submetido.

de hidroxiapatita carbonatada (HCA) [3] que contribui para melhor capacidade de selamento [6, 7]. Sua deposição entre as fibras colágenas da dentina inicia o processo de biomineralização [8, 9], que é observada pela formação de estruturas semelhantes a *tags* na interface entre o cimento e a dentina [8].

Na procura por compostos bioativos que melhorem a interação entre o cimento e a dentina radicular, os materiais com propriedades bioativas se destacam, devido à sua capacidade de interação com tecidos adjacentes [3, 10]. Biosilicato® (BS) (LaMaV-UFSCar, São Carlos, SP, Brasil) é uma composição específica de cerâmicas vítreas totalmente cristalizadas (Tabela 1), desenvolvido para aplicações nas áreas médica e odontológica [11, 12]. BS usado no tratamento da hipersensibilidade dentinária, promove a deposição de hidroxiapatita carbonatada (HCA) nos túbulos dentinários [12] e apresenta potencial antimicrobiano contra uma variedade de microrganismos, incluindo anaeróbios, aeróbios e *E.faecalis* [13, 14]. Além disso, demonstra capacidade de promover reparo e consolidação de fraturas [15], exibindo bioatividade, osteocondução e osteoindução [14]. A solução formada pelas partículas de BS em água destilada apresenta reatividade com a dentina intratubular [12], resultando na formação de hidroxiapatita carbonatada (HCA). Desse modo, o uso de protocolos de aplicação de solução com BS na dentina pode ampliar a interação de cimentos biocerâmicos reparadores com a dentina, contribuindo para melhor selamento.

Biodentine (BD) (Septodont, França) (Tabela 1) é um material reparador composto de silicato tricálcico, óxido de zircônio, carbonato de cálcio, cloreto de cálcio e polímero hidrossolúvel [16-18], e merece destaque por suas propriedades físico-químicas e biológicas [17, 18]. BD destaca-se por sua adequada resistência à compressão [19], além de apresentar resistência de união à dentina maior que Mineral Trióxido Agregado (MTA) [19, 20].

Bio-C Repair, (BCR) (Angelus, Londrina, PR, Brasil) (Tabela 1) é composto de silicatos de cálcio, aluminato de cálcio, óxido de cálcio, óxido de zircônio, óxido de ferro, dióxido de silício e agente dispersante, com capacidade de indução de biomineralização [21, 22]. BCR demonstra capacidade de preenchimento e baixa alteração volumétrica comparado a MTA HP (Angelus, Londrina, PR, Brasil) [23]. Rodriguez *et al* [20] relataram menor RU para BCR em relação à BD.

Dessa forma, esse estudo visa avaliar o efeito do tratamento da dentina intrarradicular com BS previamente ao uso de materiais reparadores biocerâmicos

na interface dentina material reparador por meio da avaliação da resistência de união. A hipótese nula é que não há diferença na RU entre dentina e materiais reparadores após o tratamento prévio da dentina com BS.

## Materiais e Métodos

**Tabela 1.** Materiais, fabricantes, composição e proporção.

| <b>Materiais</b> | <b>Fabricantes</b>                       | <b>Composição</b>                                                                                                                                                                                               | <b>Proporção</b>                  |
|------------------|------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|
| Biosilicato®     | Lamav-UFSCar (São Carlos, SP, Brasil)    | 23,75% Na <sub>2</sub> O, 23,75% CaO, 48,5% SiO <sub>2</sub> e 4% P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> (% em peso), micropartículas (D50 = 5µm).                                                                       | Solução a 2,5, 5 e 10%            |
| Bio-C Repair     | Angelus (Londrina, PR, Brasil)           | Silicatos de cálcio, aluminato de cálcio, óxido de cálcio, óxido de zircônio, óxido de ferro e dióxido de silício e agente de dispersão.                                                                        | Pronto para uso                   |
| Biodentine       | Septodont (SaintMaur-des-Fosses, França) | Pó: Silicato tricálcico, óxido de zircônio, óxido de cálcio, carbonato de cálcio, pigmento amarelo, pigmento vermelho e óxido de ferro marrom. Líquido: Cloreto de cálcio di-hidratado, areia e água purificada | Pó-Líquido<br>(1 cápsula:5 gotas) |

Óxido de sódio (Na<sub>2</sub>O). Óxido de Silício (SiO<sub>2</sub>). Pentóxido de fósforo (P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>).

### *Cálculo amostral*

Sessenta incisivos bovinos com canais retos, ápice completamente formado e ausência de anomalias foram selecionados após exame usando sistema de radiografia digital Kodak (RVG 6100; Kodak Dental Systems, NY, EUA). O tamanho amostral foi calculado de acordo com efeito de 0,53, poder de 95% e um erro de 5% pelo software G\*Power 3.1 para Windows, baseado em estudo prévio [19]. O n de 12 por grupo foi determinado análise de RU ao *push-out* e à tração.

### *Resistência de união ao Push-Out*

Raízes de dentes bovinos foram seccionadas em secções transversais de 2 mm de espessura na máquina de corte Isomet 1000 (Buehler Ltda, Lake Bluff, IL, EUA). O preparo do canal radicular foi realizado com broca carbide tronco-cônica n°702 (Vortex, Produtos Odontológicos, São Paulo, BR) posicionadas em dispositivo delineador para padronização de maneira bilateral no espécime, buscando obter um

preparo cilíndrico. Os espécimes foram divididos entre os grupos experimentais (n = 24): água destilada (AD), soro fisiológico (SF) e solução de Biosilicato a 5% (BS 5%). Irrigação foi realizada com de 5mL de NaOCl a 2,5%, 3mL de EDTA a 17% seguida da imersão por 3 minutos e irrigação de 5mL de água destilada, e por fim, imersão em 15mL da solução de tratamento final: água destilada para o grupo AD, soro fisiológico para o grupo SF e solução de Biosilicato a 5% para o grupo BS 5%. Os espécimes foram subdivididos em dois grupos (n=12) e tiveram os seus canais preenchidos com BCR ou BD utilizando um kit de condensadores (Ref.: 324501, nºs 2, 3 e 4; Golgran; São Caetano do Sul, SP, Brasil). As amostras foram mantidas em estufa a 37°C e umidade relativa superior a 95% por 7 dias.

O ensaio mecânico de *push-out* foi realizado utilizando máquina de testes mecânicos (EMIC) (DL-Digital Line, EMIC, Paraná, Brasil), com célula de carga de 200N operando à velocidade constante de 0,5 mm/min e haste com ponta cilíndrica de diâmetro de 1,3 mm. Carga contínua foi aplicada para analisar o deslocamento do material reparador. 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:  $(\pi r) \times L$ , onde  $L = \sqrt{2r+h^2}$ ;  $\pi$  é a constante 3.14, r é a medida do raio do canal radicular padronizado, e h é a espessura de cada secção, em mm, medida com um paquímetro digital (Mitutoyo, Suzano, SP, Brasil).

#### *Resistência de união à tração*

Blocos de dentina radicular foram obtidos de raízes de incisivos bovinos seccionadas longitudinalmente (Isomet 1000, Buelher). Discos de 4,5 mm x 2 mm (diâmetro x altura) foram confeccionados por meio de uma furadeira de bancada com uma serra circular diamantada de 8 mm de diâmetro externo (Lotus, Espírito Santo, Brasil).

Sistema padronizado para contato entre espécimes de dentina radicular e o cimento foi desenvolvido. Cada disco de dentina radicular foi posicionado sob um molde com espaço para o material biocerâmico. O tratamento da superfície dentinária radicular foi realizado por meio da imersão em 15 mL por 3 minutos de NaOCl a 2,5%, seguida de EDTA a 17% e água destilada. Em seguida, o tratamento final para cada grupo: água destilada, soro fisiológico e BS 5%. Posteriormente o

excesso de umidade foi removido utilizando filtro de papel (Melitta do Brasil, São Paulo, BR) sobre a superfície dentinária por 10 segundos.

A subdivisão dos espécimes e o preenchimento seguiu o mesmo protocolo citado anteriormente na seção *Resistência de união ao Push-Out*. Após o preenchimento, os espécimes foram mantidos a 37°C em umidade relativa superior a 95% por 24 horas. Depois de 24 h, os espécimes foram imersos em água destilada por 24 h, e depois em estufa a 37°C e umidade relativa por seis dias.

EMIC foi utilizada para o ensaio mecânico de tração empregando dispositivo desenvolvido para o teste. A tração foi realizada com célula de carga de 100N a uma velocidade de 0,5 mm/min. Tensão máxima suportada pela união dentina/material foi calculada em MPa, fornecendo resultados de RU. Após ensaios mecânicos de *push-out* e tração, análise qualitativa em estereomicroscópio. foi realizada para avaliação do modo de falha, classificando em adesivo (paredes dentinárias sem cimento endodôntico), coesivo (totalidade de cimento endodôntico nas paredes dentinárias) ou misto (com ambos os padrões de falha).

#### *Análise estatística*

Após a tabulação dos dados obtidos, estes foram analisados quanto à normalidade por meio do teste de Shapiro-Wilk, onde se observou uma distribuição normal dos dados. Os dados foram submetidos ao teste estatístico paramétrico ANOVA e ao teste de Tukey, com nível de significância estabelecido em 5 %.

## **Resultados**

### *Push-Out*

A média e o desvio padrão dos ensaios mecânicos realizados estão apresentados na Tabela 2 (valores em MPa). Os resultados de resistência de união ao *push-out* de BCR mostraram que BS 5% promoveu maior RU que AD ( $p < 0,05$ ), enquanto, na comparação com SF não houve diferenças significantes ( $p > 0,05$ ). Por outro lado, para BD, BS 5% promoveu maior RU que AD e SF ( $p < 0,05$ ). O modo predominante de falha no teste de *push-out* (Tabela 3) foi misto para BCR diante os tratamentos com AD e SF, entretanto para o tratamento BS 5%, modo de falha coesivo predominou. Para BD, modo de falha adesivo predominou em todos os tratamentos (Tabela 3).

**Tabela 2** - Média e  $\pm$  desvio padrão do percentual da resistência de união ao *push-out* e à tração dos cimentos Bio-C Repair ou Biodentine após tratamento com água destilada, soro fisiológico e BS 5%.

|                 |            | AD                               | SF                               | BS 5%                            |
|-----------------|------------|----------------------------------|----------------------------------|----------------------------------|
| <b>Push-Out</b> | <b>BCR</b> | 5.31 ( $\pm$ 2.11) <sup>a</sup>  | 7.06 ( $\pm$ 2.73) <sup>ab</sup> | 9.27 ( $\pm$ 3.45) <sup>b</sup>  |
|                 | <b>BD</b>  | 7.37 ( $\pm$ 1.53) <sup>a</sup>  | 6.52 ( $\pm$ 1.49) <sup>a</sup>  | 9.66 ( $\pm$ 2.80) <sup>b</sup>  |
| <b>Tração</b>   | <b>BCR</b> | 0.22 ( $\pm$ 0.09) <sup>aA</sup> | 0.44 ( $\pm$ 0.10) <sup>bA</sup> | 0.79 ( $\pm$ 0.14) <sup>cA</sup> |
|                 | <b>BD</b>  | 0.61 ( $\pm$ 0.11) <sup>aB</sup> | 0.65 ( $\pm$ 0.14) <sup>aB</sup> | 0.89 ( $\pm$ 0.27) <sup>bA</sup> |

Letras minúsculas sobrescritas indicam diferença estatística para o percentual da resistência de união entre os grupos. Letras maiúsculas sobrescritas indicam diferença estatística para o percentual da resistência de união entre os materiais reparadores. Água Destilada (AD). Soro fisiológico (SF). Biosilicato (BS). Bio-C Repair (BCR). Biodentine (BD).

### Tração

Os resultados de resistência de união à tração mostraram que BS 5% promoveu maior RU que AD e SF ( $p < 0,05$ ) para BCR e BD. Na comparação do mesmo tratamento para os diferentes materiais (Tabela 2), BD apresentou valores superiores à BCR para AD e SF ( $p < 0,05$ ), com exceção do grupo BS 5%, onde os resultados foram similares entre os materiais ( $p > 0,05$ ). Modo de falha adesivo predominou para ambos os materiais (Tabela 3).

**Tabela 3** – Frequência (%) dos modos de falha entre os grupos experimentais para o teste de resistência de união ao *push-out* e à tração de cimentos reparadores

|                 |            | Modo de Falha | AD  | SF  | BS 5% |
|-----------------|------------|---------------|-----|-----|-------|
| <b>Push-Out</b> | <b>BCR</b> | Misto         | 75% | 50% | 25%   |
|                 |            | Adesivo       | 17% | 17% | 8%    |
|                 |            | Coesivo       | 8%  | 33% | 67%   |
|                 | <b>BD</b>  | Misto         | 33% | 50% | 33%   |
|                 |            | Adesivo       | 33% | 33% | 50%   |
|                 |            | Coesivo       | 34% | 17% | 17%   |
| <b>Tração</b>   | <b>BCR</b> | Misto         | 50% | 33% | 33%   |
|                 |            | Adesivo       | 50% | 67% | 67%   |
|                 |            | Coesivo       | -   | -   | -     |
|                 | <b>BD</b>  | Misto         | 8%  | 8%  | 17%   |
|                 |            | Adesivo       | 92% | 84% | 83%   |
|                 |            | Coesivo       | -   | 8%  | -     |

Ausência de tipo de falha (-). Água Destilada (AD). Soro fisiológico (SF). Biosilicato (BS). Bio-C Repair (BR). Biodentine (BD).

## Discussão

A hipótese nula é rejeitada no presente estudo, uma vez que o tratamento da dentina com solução de BS a 5% promoveu maior RU dos materiais reparadores biocerâmicos à dentina para as avaliações por *push-out* e tração.

A análise de resistência de união entre dentina radicular e material reparador por meio do teste *push-out* é a mais utilizada [19, 25-28]. Grande variabilidade nos parâmetros utilizados para o teste são relatados na literatura (dimensões das amostras, método de preparo, diâmetro do canal radicular, tipo de haste e velocidade) [20, 29] demonstrando a falta de padronização para esse tipo de teste [29]. Dessa forma, esse estudo foi o primeiro a avaliar RU por meio do teste de tração para materiais reparadores, buscando complementar os resultados obtidos no teste de *push-out* para avaliar o comportamento de RU dos materiais.

No presente estudo, o emprego da solução de Biosilicato demonstrou efeito positivo na RU dos materiais biocerâmicos reparadores. Na comparação utilizando água e soro fisiológico e os biocerâmicos, BD se destacou com maior RU em ambos os testes (*push-out* e tração). Entretanto, quando expostos ao tratamento com BS 5%, valores similares foram encontrados entre BD e BCR, indicando o efeito positivo na resistência de união para ambos os materiais.

Após o tratamento com a solução de BS 5%, predominância de modo de falha coesivo foi encontrado para BCR no teste de *push-out*, no entanto, o mesmo não foi encontrado para BD. Cimentos à base de silicatos de cálcio necessitam de umidade para reação de presa [30]. Biocerâmicos reparadores estão disponíveis em composição pó-líquido e prontos para uso, os quais dependem da umidade dos túbulos dentinários para que a reação de presa aconteça [30]. Durante reação de hidratação, dissilicato de cálcio e trissilicato de cálcio interagem com água, resultando em silicato de cálcio hidratado e hidróxido de cálcio [30]. Materiais reparadores pronto para uso apresentam tempo de presa maior em comparação aos pó-líquido [19, 31], fato que pode sugerir maior interação química com BS, justificando a mudança no padrão de falha para BCR. No caso de materiais reparadores pó-líquido, onde a hidratação é mais rápida [19, 31], menor tempo de interação de BD com BS pode ter ocorrido, com menor efeito no modo de falha.

O emprego da solução de BS 5% aumentou a resistência de união para materiais biocerâmicos em ambos os testes mecânicos realizados, o que pode ser

justificado por meio da formação de HCA a partir de BS e a sua possível interação entre os diferentes materiais. A reatividade de BS é atribuída aos íons silicato e cálcio, que interagem com diversas substâncias [11, 24]. Estudo anterior destaca a ligação entre as partículas de biovidro e a dentina [32], ocorrendo a migração de íons e a formação de apatita na superfície dentinária. Observou-se in vitro que as partículas de BS, quando em contato com fluidos corporais simulados, induzem a oclusão dos túbulos dentinários a partir da formação de hidroxiapatita carbonatada (HCA) dentro dos túbulos [12]. Processo guiado pela formação de HCA, também ocorre em cimentos à base de silicato de cálcio [8, 9], promovendo a deposição de minerais na interface cimento-dentina. Assim, permite sugerir que uma possível interação entre o BS e esses materiais biocerâmicos pode ter ocorrido, justificando os resultados obtidos de maior força de união após o tratamento com BS.

Dentro das limitações desse trabalho, os achados destacam efeitos benéficos do uso do BS 5% como tratamento final da dentina para melhorar a RU de materiais reparadores, que pode promover melhor integridade da interface material-dentina a longo prazo, resultando assim em maior taxa de sucesso para os procedimentos endodônticos. Estudos futuros são necessários para consolidar o uso de BS na endodontia, como também, a investigação dos efeitos desses tratamentos na dentina sobre procedimentos adesivos na área restauradora.

## Conclusão

Tratamento da dentina com solução de Biosilicato 5% aumenta a resistência de união entre dentina e biocerâmicos reparadores.

## Referências

1. Parirokh, M., M. Torabinejad, and P.M.H. Dummer, *Mineral trioxide aggregate and other bioactive endodontic cements: an updated overview - part I: vital pulp therapy*. Int Endod J, 2018. **51**(2): p. 177-205.
2. Prati, C. and M.G. Gandolfi, *Calcium silicate bioactive cements: Biological perspectives and clinical applications*. Dent Mater, 2015. **31**(4): p. 351-70.
3. Biocanin, V., et al., *Marginal Gaps between 2 Calcium Silicate and Glass Ionomer Cements and Apical Root Dentin*. J Endod, 2018. **44**(5): p. 816-821.
4. Ozlek, E., et al., *Dentin moisture conditions strongly influence its interactions with bioactive root canal sealers*. Restor Dent Endod, 2020. **45**(2): p. e24.

5. Aksel, H., et al., *Effect of ultrasonic activation on dentinal tubule penetration of calcium silicate-based cements*. *Microsc Res Tech*, 2019. **82**(5): p. 624-629.
6. Sarkar, N.K., et al., *Physicochemical basis of the biologic properties of mineral trioxide aggregate*. *J Endod*, 2005. **31**(2): p. 97-100.
7. Bozeman, T.B., R.R. Lemon, and P.D. Eleazer, *Elemental analysis of crystal precipitate from gray and white MTA*. *J Endod*, 2006. **32**(5): p. 425-8.
8. Reyes-Carmona, J.F., M.S. Felipe, and W.T. Felipe, *Biom mineralization ability and interaction of mineral trioxide aggregate and white portland cement with dentin in a phosphate-containing fluid*. *J Endod*, 2009. **35**(5): p. 731-6.
9. Reyes-Carmona, J.F., M.S. Felipe, and W.T. Felipe, *The biom mineralization ability of mineral trioxide aggregate and Portland cement on dentin enhances the push-out strength*. *J Endod*, 2010. **36**(2): p. 286-91.
10. Shashirekha, G., A. Jena, and S. Mohapatra, *Nanotechnology in Dentistry: Clinical Applications, Benefits, and Hazards*. *Compend Contin Educ Dent*, 2017. **38**(5): p. e1-e4.
11. C. Ravagnani, O.P., E. D. Zanotto, E. H. G. Lara, and H. Panzeri, H., "Process and compositions for preparing particulate, bioactive or resorbable biosilicates for use in the treatment of oral aliments," *Classificação Internacional C03C10/00, INPI 03006441, Universidade Federal de São Carlos; Universidade de São Paulo, São Carlos, Brazil, 2004*.
12. Tirapelli, C., et al., *The effect of a novel crystallised bioactive glass-ceramic powder on dentine hypersensitivity: a long-term clinical study*. *J Oral Rehabil*, 2011. **38**(4): p. 253-62.
13. Martins, C.H., et al., *Assessment of antimicrobial effect of Biosilicate(R) against anaerobic, microaerophilic and facultative anaerobic microorganisms*. *J Mater Sci Mater Med*, 2011. **22**(6): p. 1439-46.
14. Queiroz, M.B., et al., *Development and evaluation of reparative tricalcium silicate-ZrO(2) -Biosilicate composites*. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*, 2021. **109**(4): p. 468-476.
15. Zimmermann, G., U. Muller, and A. Wentzensen, *The value of laboratory and imaging studies in the evaluation of long-bone non-unions*. *Injury*, 2007. **38 Suppl 2**: p. S33-7.
16. Tang, J.J., et al., *A comparison of the sealing abilities between Biodentine and MTA as root-end filling materials and their effects on bone healing in dogs after periradicular surgery*. *J Appl Oral Sci*, 2019. **27**: p. e20180693.
17. Akcay, H., et al., *Evaluation of the bond strength of root-end placed mineral trioxide aggregate and Biodentine in the absence/presence of blood contamination*. *Eur J Dent*, 2016. **10**(3): p. 370-375.

18. Nabeel, M., et al., *Sealing ability of Biodentine versus ProRoot mineral trioxide aggregate as root-end filling materials*. Saudi Dent J, 2019. **31**(1): p. 16-22.
19. Lucas, C.P., et al., *Physicochemical Properties and Dentin Bond Strength of a Tricalcium Silicate-Based Retrograde Material*. Braz Dent J, 2017. **28**(1): p. 51-56.
20. Rodrigues, M.N.M., et al., *Comparative analysis of bond strength to root dentin and compression of bioceramic cements used in regenerative endodontic procedures*. Restor Dent Endod, 2021. **46**(4): p. e59.
21. Alsubait, S.A., et al., *Cytotoxicity of Different Concentrations of Three Root Canal Sealers on Human Mesenchymal Stem Cells*. Biomolecules, 2018. **8**(3).
22. Siboni, F., et al., *Properties of BioRoot RCS, a tricalcium silicate endodontic sealer modified with povidone and polycarboxylate*. Int Endod J, 2017. **50** **Suppl 2**: p. e120-e136.
23. Torres, F.F.E., et al., *A micro-computed tomographic study using a novel test model to assess the filling ability and volumetric changes of bioceramic root repair materials*. Restor Dent Endod, 2021. **46**(1): p. e2.
24. Crovace, M.C., et al., *Biosilicate®—A multipurpose, highly bioactive glass-ceramic. In vitro, in vivo and clinical trials*. Journal of Non-Crystalline Solids, 2016. **432**: p. 90-110.
25. Vivan, R.R., et al., *Effect of ultrasonic tip and root-end filling material on bond strength*. Clin Oral Investig, 2016. **20**(8): p. 2007-2011.
26. Guneser, M.B., M.B. Akbulut, and A.U. Eldeniz, *Effect of various endodontic irrigants on the push-out bond strength of biodentine and conventional root perforation repair materials*. J Endod, 2013. **39**(3): p. 380-4.
27. Nagas, E., et al., *Effect of several intracanal medicaments on the push-out bond strength of ProRoot MTA and Biodentine*. Int Endod J, 2016. **49**(2): p. 184-8.
28. Elnaghy, A.M., *Influence of acidic environment on properties of biodentine and white mineral trioxide aggregate: a comparative study*. J Endod, 2014. **40**(7): p. 953-7.
29. Brichko, J., M.F. Burrow, and P. Parashos, *Design Variability of the Push-out Bond Test in Endodontic Research: A Systematic Review*. J Endod, 2018. **44**(8): p. 1237-1245.
30. Camilleri, J., *Classification of hydraulic cements used in dentistry*. Frontiers in dental medicine, 2020. **1**: p. 9.
31. Campi, L.B., et al., *Physicochemical properties, cytotoxicity and bioactivity of a ready-to-use bioceramic repair material*. Braz Dent J, 2023. **34**(1): p. 29-38.

32. Forsback, A.P., S. Areva, and J.I. Salonen, *Mineralization of dentin induced by treatment with bioactive glass S53P4 in vitro*. Acta Odontol Scand, 2004. **62**(1): p. 14-20.

## 4 DISCUSSÃO

A habilidade de um cimento endodôntico em resistir à ruptura do selamento estabelecido com as paredes do canal radicular, seja por meio da retenção micromecânica ou da adesão química com a dentina, é de extrema importância no tratamento do sistema de canais radiculares<sup>68</sup>. Esse atributo se torna especialmente crucial durante situações clínicas como a flexão do dente<sup>60,68</sup> ou durante procedimentos como o preparo para núcleos ou pinos<sup>60</sup>, onde a interface cimento-dentina pode ser afetada<sup>5,7</sup> resultando em vazios e *gaps* ao longo do selamento<sup>5,7</sup>, que possibilitarão a incursão de microrganismos<sup>7</sup>.

O presente estudo introduziu uma abordagem inovadora para melhorar a adesão de cimentos endodônticos biocerâmicos à dentina radicular, utilizando soluções de BS como tratamento prévio ao uso desses materiais. Resultados promissores foram encontrados, evidenciando melhora significativa na resistência de união (RU) dos cimentos de silicato de cálcio testados.

A análise em MEV dos mecanismos relacionados aos efeitos observados após o tratamento da dentina com BS revelou sua reatividade química<sup>13,22</sup> e sua capacidade de promover a biomineralização na dentina<sup>12,14,21</sup>, resultados que corroboram outros estudos<sup>11,13,14</sup>. Esses processos desempenham importante papel na formação de adequada interface entre os cimentos endodônticos e a estrutura dentária.

Os mecanismos subjacentes à melhoria na RU após o tratamento da dentina com BS foram discutidos em ambos os estudos. A reatividade química do BS, atribuída aos íons silicato e cálcio, promove interações variadas com a dentina, induzindo a formação de uma camada de HCA<sup>13,14</sup>. Esse processo de biomineralização guiado pela formação de HCA também foi observado em cimentos à base de silicato de cálcio<sup>39,40,66</sup>, sugerindo possível meio de interação entre esses materiais e o BS.

Outro destaque deste estudo é a introdução de uma nova metodologia de teste de tração para avaliar a RU dos cimentos endodônticos e reparadores. Esta abordagem, até então explorada na literatura endodôntica apenas avaliando a resistência de união de pinos intrarradiculares<sup>60,70</sup>, proporcionou dados complementares sobre o comportamento dos materiais sob diferentes tipos de

estresse mecânico, aprimorando assim a compreensão dos resultados obtidos nos testes tradicionais de *push-out*.

Os resultados dos presentes estudos fornecem evidências de que o tratamento da dentina com solução de BS pode melhorar significativamente a adesão e a resistência de união de cimentos endodônticos biocerâmicos e materiais reparadores. Esses achados têm implicações clínicas importantes, sugerindo que o uso do BS como tratamento final da dentina pode aumentar a longevidade e o sucesso dos procedimentos endodônticos, proporcionando melhor integridade da interface cimento-dentina a longo prazo. No entanto, mais pesquisas são necessárias para validar esses resultados e estabelecer protocolos clínicos seguros e eficazes para o uso do BS em procedimentos endodônticos. Estudos futuros devem ser realizados para análise do comportamento na perspectiva clínica. Por fim, análises do potencial antimicrobiano do Biosilicato são relevantes e podem expandir ainda mais a utilização clínica desse material.

## 5 CONCLUSÃO

Com base na metodologia utilizada e nos achados deste estudo, pode-se concluir:

- Soluções de Biosilicato 5% e 10% demonstraram grande potencial bioativo na superfície dentinária.
- O uso da solução de Biosilicato no tratamento da dentina influenciou positivamente a resistência de união dos cimentos biocerâmicos Bio-C Sealer e BioRoot RCS.
- Tratamento da dentina com solução de Biosilicato 5% aumenta a resistência de união entre dentina e biocerâmicos reparadores.

## REFERÊNCIAS\*

1. De-Deus G, Coutinho-Filho T, Reis C, Murad C, Paciornik S. Polymicrobial leakage of four root canal sealers at two different thicknesses. *J Endod.* 2006; 32(10): 998-1001.
2. Ozkocak I, Sonat B. Evaluation of Effects on the adhesion of various root canal sealers after Er:YAG laser and irrigants are used on the dentin surface. *J Endod.* 2015; 41(8): 1331-6.
3. Guimaraes BM, Amoroso-Silva PA, Alcalde MP, Marciano MA, de Andrade FB, Duarte MA. Influence of ultrasonic activation of 4 root canal sealers on the filling quality. *J Endod.* 2014; 40(7): 964-8.
4. Rosa RA, Santini MF, Heiden K, Só BB, Kuga MC, Pereira JR, et al. SEM evaluation of the interface between filling and root-end filling materials. *Scanning.* 2014; 36(2): 252-7.
5. Gandolfi MG, Parrilli AP, Fini M, Prati C, Dummer PM. 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. Tedesco M, Chain MC, Bortoluzzi EA, da Fonseca Roberti Garcia L, Alves AMH, Teixeira CS. Comparison of two observational methods, scanning electron and confocal laser scanning microscopies, in the adhesive interface analysis of endodontic sealers to root dentine. *Clin Oral Investig.* 2018; 22(6): 2353-61.
7. Ricucci D, Lin LM, Spångberg LS. Wound healing of apical tissues after root canal therapy: a long-term clinical, radiographic, and histopathologic observation study. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod.* 2009; 108(4): 609-21.
8. Shashirekha G, Jena A, Mohapatra S. Nanotechnology in dentistry: clinical applications, benefits, and hazards. *Compend Contin Educ Dent.* 2017; 38(5): e1-e4.
9. Biocanin V, Antonijevic D, Postic S, Ilic D, Vukovic Z, Milic M, et al. Marginal gaps between 2 calcium silicate and glass ionomer cements and apical root dentin. *J Endod.* 2018; 44(5): 816-21.
10. Hench LL, Wilson J. Surface-active biomaterials. *Science.* 1984; 226(4675): 630-6.
11. Renno AC, Bossini PS, Crovace MC, Rodrigues AC, Zanotto ED, Parizotto NA. Characterization and in vivo biological performance of biosilicate. *Biomed Res Int.* 2013; 2013: 141427.

---

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

12. C. Ravagnani OP, E. D. Zanotto, E. H. G. Lara, and H. Panzeri, H. Process and compositions for preparing particulate, bioactive or resorbable biosilicates for use in the treatment of oral ailments. Brazil patent C03C10/00, INPI 03006441. 2004.
13. Souza AF, Souza MT, Damasceno JE, Ferreira PVC, Alves de Cerqueira G, Baggio Aguiar FH, et al. Effects of the incorporation of bioactive particles on physical properties, bioactivity and penetration of resin enamel infiltrant. *Clin Cosmet Investig Dent*. 2023; 15: 31-43.
14. Tirapelli C, Panzeri H, Soares RG, Peitl O, Zanotto ED. A novel bioactive glass-ceramic for treating dentin hypersensitivity. *Braz Oral Res*. 2010; 24(4): 381-7.
15. Martins CH, Carvalho TC, Souza MG, Ravagnani C, Peitl O, Zanotto ED, et al. Assessment of antimicrobial effect of Biosilicate(R) against anaerobic, microaerophilic and facultative anaerobic microorganisms. *J Mater Sci Mater Med*. 2011; 22(6): 1439-46.
16. Queiroz MB, Torres FFE, Rodrigues EM, Viola KS, Bosso-Martelo R, Chavez-Andrade GM, et al. Development and evaluation of reparative tricalcium silicate-ZrO<sub>2</sub> -Biosilicate composites. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2021; 109(4): 468-76.
17. Zimmermann G, Muller U, Wentzensen A. The value of laboratory and imaging studies in the evaluation of long-bone non-unions. *Injury*. 2007; 38 Suppl 2(S33-7).
18. Moura J, Teixeira LN, Ravagnani C, Peitl O, Zanotto ED, Beloti MM, et al. In vitro osteogenesis on a highly bioactive glass-ceramic (Biosilicate). *J Biomed Mater Res A*. 2007; 82(3): 545-57.
19. Granito RN, Renno AC, Ravagnani C, Bossini PS, Mochiuti D, Jorgetti V, et al. In vivo biological performance of a novel highly bioactive glass-ceramic (Biosilicate(R)): A biomechanical and histomorphometric study in rat tibial defects. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2011; 97(1): 139-47.
20. Granito RN, Ribeiro DA, Renno AC, Ravagnani C, Bossini PS, Peitl-Filho O, et al. Effects of biosilicate and bioglass 45S5 on tibial bone consolidation on rats: a biomechanical and a histological study. *J Mater Sci Mater Med*. 2009; 20(12): 2521-6.
21. Crovace MC, Souza MT, Chinaglia CR, Peitl O, Zanotto ED. Biosilicate®—A multipurpose, highly bioactive glass-ceramic. In vitro, in vivo and clinical trials. *Journal of Non-Crystalline Solids*. 2016; 432: 90-110.
22. Forsback AP, Areva S, Salonen JI. Mineralization of dentin induced by treatment with bioactive glass S53P4 in vitro. *Acta Odontol Scand*. 2004; 62(1): 14-20.
23. Efflandt SE, Magne P, Douglas WH, Francis LF. Interaction between bioactive glasses and human dentin. *J Mater Sci Mater Med*. 2002; 13(6): 557-65.
24. Hench LL. Biomaterials: a forecast for the future. *Biomaterials*. 1998; 19(16): 1419-23.

25. Prati C, Gandolfi MG. Calcium silicate bioactive cements: Biological perspectives and clinical applications. *Dent Mater.* 2015; 31(4): 351-70.
26. Camilleri J. Staining potential of Neo MTA Plus, MTA Plus, and Biodentine used for pulpotomy procedures. *J Endod.* 2015; 41(7): 1139-45.
27. Peng L, Ye L, Tan H, Zhou X. Outcome of root canal obturation by warm gutta-percha versus cold lateral condensation: a meta-analysis. *J Endod.* 2007; 33(2): 106-9.
28. Tanomaru-Filho M, Andrade AS, Rodrigues EM, Viola KS, Faria G, Camilleri J, et al. Biocompatibility and mineralized nodule formation of Neo MTA Plus and an experimental tricalcium silicate cement containing tantalum oxide. *Int Endod J.* 2017; 50 (Suppl 2): e31-e9.
29. Torres FFE, Zordan-Bronzel CL, Guerreiro-Tanomaru JM, Chavez-Andrade GM, Pinto JC, Tanomaru-Filho M. Effect of immersion in distilled water or phosphate-buffered saline on the solubility, volumetric change and presence of voids within new calcium silicate-based root canal sealers. *Int Endod J.* 2020; 53(3): 385-91.
30. Torres FFE, Guerreiro-Tanomaru JM, Bosso-Martelo R, Espir CG, Camilleri J, Tanomaru-Filho M. Solubility, porosity, dimensional and volumetric change of endodontic sealers. *Braz Dent J.* 2019; 30(4): 368-73.
31. Grech L, Mallia B, Camilleri J. Investigation of the physical properties of tricalcium silicate cement-based root-end filling materials. *Dent Mater.* 2013; 29(2): e20-8.
32. Prullage RK, Urban K, Schafer E, Dammaschke T. Material properties of a tricalcium silicate-containing, a Mineral Trioxide Aggregate-containing, and an epoxy resin-based root canal sealer. *J Endod.* 2016; 42(12): 1784-8.
33. Parirokh M, Torabinejad M. Mineral trioxide aggregate: a comprehensive literature review--Part I: chemical, physical, and antibacterial properties. *J Endod.* 2010; 36(1): 16-27.
34. Anthonappa RP, King NM, Martens LC. Is there sufficient evidence to support the long-term efficacy of mineral trioxide aggregate (MTA) for endodontic therapy in primary teeth? *Int Endod J.* 2013; 46(3): 198-204.
35. Parirokh M, Torabinejad M. Mineral trioxide aggregate: a comprehensive literature review--Part III: Clinical applications, drawbacks, and mechanism of action. *J Endod.* 2010; 36(3): 400-13.
36. Cintra LTA, Benetti F, de Azevedo Queiroz IO, de Araujo Lopes JM, Penha de Oliveira SH, Sivieri Araujo G, et al. Cytotoxicity, biocompatibility, and biomineralization of the new high-plasticity MTA material. *J Endod.* 2017; 43(5): 774-8.
37. Hungaro Duarte MA, Minotti PG, Rodrigues CT, Zapata RO, Bramante CM, Tanomaru Filho M, et al. Effect of different radiopacifying agents on the physicochemical properties of white Portland cement and white mineral trioxide aggregate. *J Endod.* 2012; 38(3): 394-7.

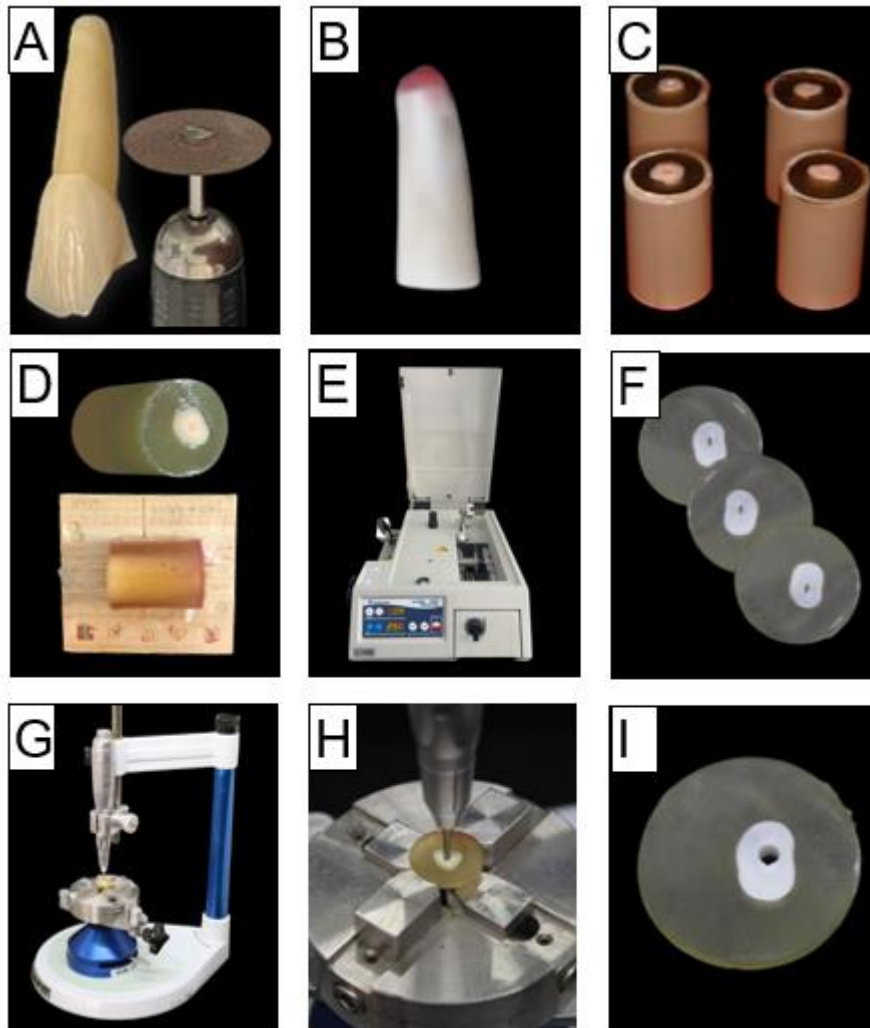
38. Bozeman TB, Lemon RR, Eleazer PD. Elemental analysis of crystal precipitate from gray and white MTA. *J Endod.* 2006; 32(5): 425-8.
39. Sarkar NK, Caicedo R, Ritwik P, Moiseyeva R, Kawashima I. Physicochemical basis of the biologic properties of mineral trioxide aggregate. *J Endod.* 2005; 31(2): 97-100.
40. Reyes-Carmona JF, Felipe MS, Felipe WT. Biomineralization ability and interaction of mineral trioxide aggregate and white portland cement with dentin in a phosphate-containing fluid. *J Endod.* 2009; 35(5): 731-6.
41. Camilleri J. Hydration characteristics of calcium silicate cements with alternative radiopacifiers used as root-end filling materials. *J Endod.* 2010; 36(3): 502-8.
42. Coomaraswamy KS, Lumley PJ, Hofmann MP. Effect of bismuth oxide radioopacifier content on the material properties of an endodontic Portland cement-based (MTA-like) system. *J Endod.* 2007; 33(3): 295-8.
43. Torabinejad M, Hong CU, McDonald F, Pitt Ford TR. Physical and chemical properties of a new root-end filling material. *J Endod.* 1995; 21(7): 349-53.
44. Persson C, Engqvist H. Premixed calcium silicate cement for endodontic applications: injectability, setting time and radiopacity. *Biomater.* 2011; 1(1): 76-80.
45. Tang JJ, Shen ZS, Qin W, Lin Z. A comparison of the sealing abilities between Biodentine and MTA as root-end filling materials and their effects on bone healing in dogs after periradicular surgery. *J Appl Oral Sci.* 2019; 27: e20180693.
46. Akcay H, Arslan H, Akcay M, Mese M, Sahin NN. Evaluation of the bond strength of root-end placed mineral trioxide aggregate and Biodentine in the absence/presence of blood contamination. *Eur J Dent.* 2016; 10(3): 370-5.
47. Nabeel M, Tawfik HM, Abu-Seida AMA, Elgendy AA. Sealing ability of Biodentine versus ProRoot mineral trioxide aggregate as root-end filling materials. *Saudi Dent J.* 2019; 31(1): 16-22.
48. Lucas CP, Viapiana R, Bosso-Martelo R, Guerreiro-Tanomaru JM, Camilleri J, Tanomaru-Filho M. Physicochemical properties and dentin bond strength of a tricalcium silicate-based retrograde material. *Braz Dent J.* 2017; 28(1): 51-6.
49. Alsubait SA, Al Ajlan R, Mitwalli H, Aburaisi N, Mahmood A, Muthurangan M, et al. Cytotoxicity of different concentrations of three root canal sealers on human mesenchymal stem cells. *Biomolecules.* 2018; 8(3)
50. Siboni F, Taddei P, Zamparini F, Prati C, Gandolfi MG. Properties of BioRoot RCS, a tricalcium silicate endodontic sealer modified with povidone and polycarboxylate. *Int Endod J.* 2017; 50 (Suppl 2): e120-e36.
51. Torres FFE, Pinto JC, Figueira GO, Guerreiro-Tanomaru JM, Tanomaru-Filho M. A micro-computed tomographic study using a novel test model to assess the filling ability and volumetric changes of bioceramic root repair materials. *Restor Dent Endod.* 2021; 46(1): e2.

52. Rodrigues MNM, Bruno KF, de Alencar AHG, Silva JDS, de Siqueira PC, Decurcio DA, et al. Comparative analysis of bond strength to root dentin and compression of bioceramic cements used in regenerative endodontic procedures. *Restor Dent Endod.* 2021; 46(4): e59.
53. 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.
54. Camilleri J, Gandolfi MG, Siboni F, Prati C. Dynamic sealing ability of MTA root canal sealer. *Int Endod J.* 2011; 44(1): 9-20.
55. Asawaworarit W, Pinyosopon T, Kijssamanmith K. Comparison of apical sealing ability of bioceramic sealer and epoxy resin-based sealer using the fluid filtration technique and scanning electron microscopy. *J Dent Sci.* 2020; 15(2): 186-92.
56. Barbizam JV, Trope M, Tanomaru-Filho M, Teixeira EC, Teixeira FB. Bond strength of different endodontic sealers to dentin: push-out test. *J Appl Oral Sci.* 2011; 19(6): 644-7.
57. Asawaworarit W, Yachor P, Kijssamanmith K, Vongsavan N. Comparison of the apical sealing ability of calcium silicate-based sealer and resin-based sealer using the fluid-filtration technique. *Med Princ Pract.* 2016; 25(6): 561-5.
58. Donnermeyer D, Dornseifer P, Schafer E, Dammaschke T. The push-out bond strength of calcium silicate-based endodontic sealers. *Head Face Med.* 2018; 14(1): 13.
59. Sagsen B, Ustun Y, Demirbuga S, Pala K. Push-out bond strength of two new calcium silicate-based endodontic sealers to root canal dentine. *Int Endod J.* 2011; 44(12): 1088-91.
60. Pane ES, Palamara JE, Messer HH. Critical evaluation of the push-out test for root canal filling materials. *J Endod.* 2013; 39(5): 669-73.
61. Chen WP, Chen YY, Huang SH, Lin CP. Limitations of push-out test in bond strength measurement. *J Endod.* 2013; 39(2): 283-7.
62. Yaduka P, Kataki R, Roy D, Das L, Goswami S. Effects of radiation therapy on the dislocation resistance of root canal sealers applied to dentin and the sealer-dentin interface: a pilot study. *Restor Dent Endod.* 2021; 46(2): e22.
63. Retana-Lobo C, Tanomaru-Filho M, Guerreiro-Tanomaru JM, Benavides-Garcia M, Hernandez-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; 2021: 6617930.
64. Al-Haddad A, Che Ab Aziz ZA. Bioceramic-based root canal sealers: a review. *Int J Biomater.* 2016; 2016: 9753210.

65. Ha JH, Kim HC, Kim YK, Kwon TY. An evaluation of wetting and adhesion of three bioceramic root canal sealers to intraradicular human dentin. *Materials (Basel)*. 2018; 11(8):
66. 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.
67. Portella FF, Santos PD, Lima GB, Leitune VC, 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.
68. Huffman BP, Mai S, Pinna L, Weller RN, Primus CM, Gutmann JL, et al. Dislocation resistance of ProRoot Endo Sealer, a calcium silicate-based root canal sealer, from radicular dentine. *Int Endod J*. 2009; 42(1): 34-46.
69. Silva E, Canabarro A, Andrade M, Cavalcante DM, Von Stetten O, Fidalgo T, et al. Dislodgment resistance of bioceramic and epoxy sealers: a systematic review and meta-analysis. *J Evid Based Dent Pract*. 2019; 19(3): 221-35.
70. Goracci C, Tavares AU, Fabianelli A, Monticelli F, Raffaelli O, Cardoso PC, et al. The adhesion between fiber posts and root canal walls: comparison between microtensile and push-out bond strength measurements. *Eur J Oral Sci*. 2004; 112(4): 353-61.

## APÊNDICE A METODOLOGIA EXPANDIDA

Figura 1 – Resistência de união ao push-out



Esquema representativo da etapa de seleção e preparo dos espécimes. A) Seleção e remoção coronária dos dentes bovinos. B) Dente preparado para inclusão. C) Inclusão em resina automotiva. D) Fixação do conjunto em dispositivo de madeira. E) Secção dos espécimes na Isomet. F) Discos de 2mm de espessura. G) Posição dos discos em delineador. H) Preparo dos discos com broca 702. I) Amostras com canais preparados

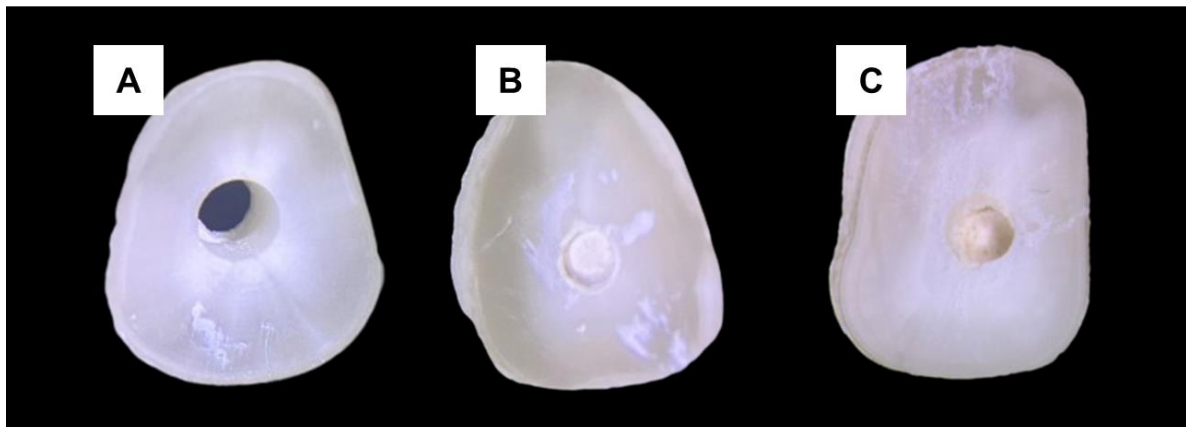
Fonte: Arquivo pessoal do autor.

**Figura 2.** Corpo de prova de push-out posicionado em máquina de ensaios mecânicos (EMIC DL 2000)



Fonte: Arquivo pessoal do autor.

**Figura 3 -** Representações dos diferentes modos de falha predominantes visualizados em microscopia estereoscópica dos corpos de prova de push-out. A) Adesivo. B) Coesivo. C) Misto



Fonte: Arquivo pessoal do autor.

## RESISTÊNCIA DE UNIÃO À TRAÇÃO

### Preparo dos espécimes

Blocos de dentina radicular foram obtidos a partir de raízes de incisivos bovinos seccionadas longitudinalmente (Isomet 1000, Buelher). Na sequência, foram levados para furadeira de bancada acoplada com serra copo diamantada de 8mm de diâmetro externo (Lotus, Espírito Santo, Brasil) (**Figura 4**) para obter discos de dentina radicular de 4,5 mm x 2 mm (diâmetro x altura) a partir das paredes internas do canal radicular.

### Confecção das amostras em resina poliéster

Visando viabilizar a execução do teste, foi arquitetado um sistema de encaixe preciso para se obter um encaixe entre o espaço do cimento e a dentina. Dessa forma, para cada disco obtido foi confeccionado uma amostra em positivo contendo o disco de dentina bovina e outra em negativo com o mesmo formato onde o cimento seria colocado, obtendo assim um sistema de encaixe individualizado. Para tal fim, os discos de dentina bovina foram moldados com silicona de condensação (Oranwash, Zhermack SpA, Badia Polesine, Itália) (**Figura 5**) com a superfície planificada voltada para o material de moldagem, visando obter a amostra em negativo, onde será colocado o cimento. Por outro lado, para obter as amostras em positivo, outra moldagem foi realizada, agora com as amostras com a base voltada para o material de moldagem. Com ambos os moldes confeccionados, cera utilidade (Lysanda, São Paulo, Brasil) foi utilizada para confeccionar modelos a partir de cada molde. O modelo de cera da amostra em negativo foi colocado centralizado em uma matriz de tubo cilíndrico PVC com 20 mm de diâmetro externo por 2 mm de altura (**Figura 6**), e após o conjunto ser isolado com vaselina, foram incluídos em resina poliéster para laminação (**Figura 7**). Após 1 dia da inclusão, os discos de resina foram deslocados dos tubos cilíndricos de PVC e obtidas as amostras em negativo (**Figura 8**). O modelo de cera da amostra em positivo também foi colocado centralizado na matriz de tubo cilíndrico PVC, seguindo o mesmo protocolo citado acima. No dia seguinte ao preenchimento com resina, os modelos de cera foram removidos das amostras de resina com auxílio de curetas de dentina (Golgran, São Caetano do Sul – SP, Brasil) e escovas de Robson acopladas a motor de baixa

rotação. Todas as amostras obtidas foram lixadas com lixas d'água de granulação 80 para padronizar 2mm de espessura, e posteriormente foi utilizado sequência de lixas d'água 400 e 600, para que lisura fosse obtida.

Para fixar os discos de dentina em seu encaixe individual nas amostras em positivo, foi realizado ataque ácido utilizando ácido fosfórico a 37% durante 50s na base dos discos de dentina, após esse tempo, jato de ar com água da seringa tríplice foi utilizado para remover o ácido por 10s para cada amostra. Assim, o espaço vazio dos encaixes fora agora preenchido com resina flow (Biodinâmica, Ibiraporã – PR, Brasil) e com auxílio de pinça clínica os discos foram posicionados buscando manter a superfície que terá contato com o cimento o mais paralela possível com a base da amostra de encaixe, e então a resina foi fotoativada durante 40s por espécime. Possíveis excessos de resina flow foram removidos utilizando fresa 3098 (FKG, La Chaux-de-Fonds, Suíça) acoplada em alta rotação, finalizando assim o preparo dos encaixes positivos (**Figura 9**). Após isso, cada encaixe positivo já com o dente posicionado teve sua adaptação com o encaixe negativo equivalente testado (**Figura 10**), e assim foram posicionados em ordem numérica para que desse início ao tratamento da dentina e preenchimento com os cimentos.

**Figura 4** - Serra copo diamantada (Lotus, SP, Brasil)



Fonte: Arquivo pessoal do autor.

**Figura 5** - Moldagem dos discos de dentina com silicóna de condensação para confecção dos modelos de cera



Fonte: Arquivo pessoal do autor.

**Figura 6** - Matrizes de tubos de 2 mm de altura posicionadas em placa de vidro com modelo de cera centralizado



Fonte: Arquivo pessoal do autor.

**Figura 7** - Preenchimento das matrizes de PVC com resina poliéster



Fonte: Arquivo pessoal do autor.

**Figura 8** - Sistema de encaixe entre amostra do dente e amostra do cimento



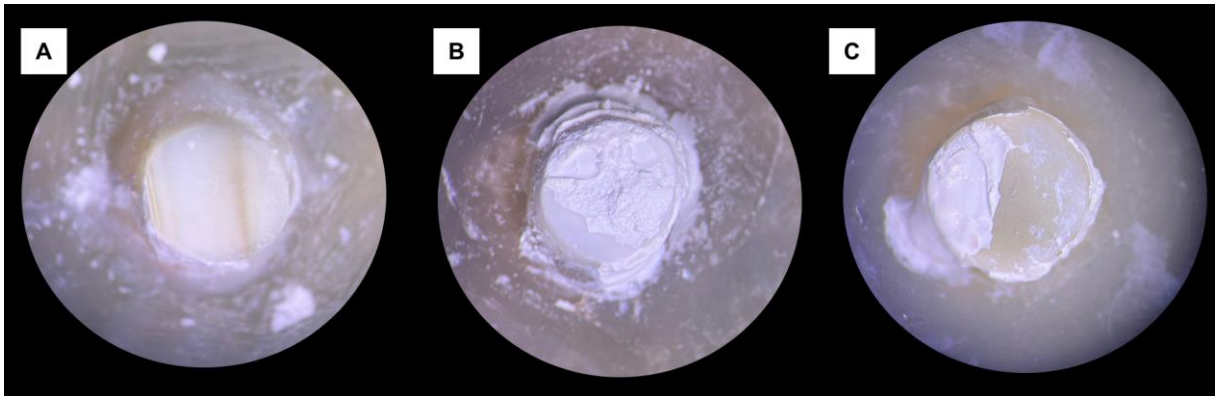
Fonte: Arquivo pessoal do autor.

**Figura 9** - Corpo de prova de tração posicionado em máquina de ensaios mecânicos (EMIC DL 2000)



Fonte: Arquivo pessoal do autor.

**Figura 10** – Imagens representativas dos modos de falha obtidas através de estereomicroscópio

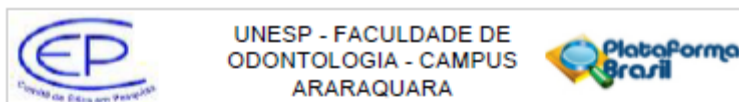


Representações dos diferentes modos de falha predominantes visualizados em microscopia estereoscópica dos corpos de prova de tração. A) Adesivo. B) Coesivo. C) Misto.

Fonte: Arquivo pessoal do autor.

## ANEXO A – CERTIFICADO DO COMITÊ DE ÉTICA

Projeto de pesquisa aprovado pelo Comitê de ética em pesquisa em seres humanos  
- CEP da Faculdade de Odontologia de Araraquara – FOAr, UNESP.  
CAAE: 74733623.2.0000.5416



### PARECER CONSUBSTANCIADO DO CEP

#### DADOS DO PROJETO DE PESQUISA

**Título da Pesquisa:** Análise da interface material/dentina após diferentes tratamentos e da interação com cimentos biocerâmicos Endodônticos e reparadores

**Pesquisador:** Mario Tanomaru Filho

**Área Temática:**

**Versão:** 2

**CAAE:** 74733623.2.0000.5416

**Instituição Proponente:** UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA JULIO DE MESQUITA FILHO

**Patrocinador Principal:** FUNDAÇÃO DE AMPARO A PESQUISA DO ESTADO DE SÃO PAULO

#### DADOS DO PARECER

**Número do Parecer:** 6.633.109

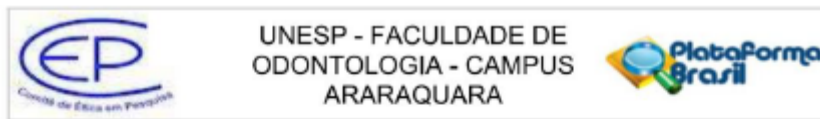
#### Apresentação do Projeto:

Trata-se apresentação do projeto de pesquisa cujo resumo consta: "Biovidro é uma categoria dos biomateriais que apresenta biocompatibilidade, elevada bioatividade e capacidade de se ligar aos tecidos vivos. Biosilicato (LaMaV-UFSCar, São Carlos, SP, Brasil) é uma composição de biovidro que pode aprimorar a capacidade de união com a dentina e promover bioatividade. O objetivo desse estudo é idealizar protocolos de tratamento da dentina previamente uso de cimentos endodônticos biocerâmicos. Será avaliado o efeito dos diferentes tratamentos na superfície dentinária: solução de biosilicato em diferentes concentrações, PBS e água destilada como controle. Incisivos inferiores humanos (n=20) serão utilizados para avaliação por meio de MEV e espectroscopia de dispersão de energia de raios-X (EDS). Para tanto, os dentes serão decoronados, comprimento radicular padronizado para preparo dos canais com lima 25.12 (HyTex, EDM, coltene). Os dentes serão seccionados no sentido mesio-distal para posterior imersão nas soluções experimentais. Enviados para dessecador para preparo para análise em MEV. Serão realizadas análises qualitativas do padrão de bioatividade dessas soluções.

#### Objetivo da Pesquisa:

Avaliar e desenvolver protocolos de tratamento da dentina radicular com Biosilicato para aplicação antes da obturação dos canais radiculares com cimentos endodônticos biocerâmicos. O efeito do tratamento proposto na interface dentina/cimento obturador e dentina/cimento endodôntico,

Endereço: HUMAITA 1680, SALA 512  
Bairro: CENTRO CEP: 14.801-903  
UF: SP Município: ARARAQUARA  
Telefone: (16)3301-8450 E-mail: cep.foar@unesp.br



Continuação do Parecer: 2.998.389

**Objetivo da Pesquisa:**

Avaliar através de micro-CT o preparo de canais distais achatados de molares inferiores utilizando instrumentos tratados termicamente associados ao inserto ultrassônico, bem como a qualidade da obturação por meio de diferentes técnicas e o retratamento através de diferentes instrumentos combinados com o inserto ultrassônico.

**Avaliação dos Riscos e Benefícios:**

**Riscos:** Os pesquisadores estarão protegidos contra a radiação X com o uso de avental de borracha plumbífero e será utilizada caixa de chumbo para obtenção das imagens. No laboratório de biomateriais para execução das fases de preparo, obturação e retratamento dos canais radiculares serão utilizados EPIs. Todos os possíveis riscos serão assegurados pelas normas de biossegurança da Faculdade de Odontologia de Araraquara - UNESP.

**Benefícios:** Os benefícios obtidos estão relacionados ao desenvolvimentos de protocolos clínicos eficazes durante as etapas de preparo, obturação e retratamento de canais achatados o qual pode abrigar restos pulpares e/ou necróticos que podem levar ao fracasso endodôntico. Se valendo da utilização de instrumentos de NITI associados aos insertos ultrassônicos e através de diferentes técnicas e materiais com propriedades físicoquímicas e biológicas adequadas.

**Comentários e Considerações sobre a Pesquisa:**

O pesquisador solicitou dispensa do TCLE pois as amostras serão obtidas de dentes humanos extraídos.

**Considerações sobre os Termos de apresentação obrigatória:**

Os termos obrigatórios foram apresentados.

**Conclusões ou Pendências e Lista de Inadequações:**

Todas as solicitações foram devidamente atendidas.

**Considerações Finais a critério do CEP:**

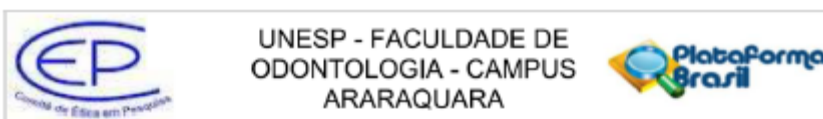
Atendidas pendências de reunião, considero APROVADO o protocolo.

O pesquisador deverá encaminhar relatórios parciais a cada 01 (um) ano até o prazo final da pesquisa, quando deverá encaminhar o relatório final.

**Este parecer foi elaborado baseado nos documentos abaixo relacionados:**

| Tipo Documento | Arquivo                     | Postagem   | Autor | Situação |
|----------------|-----------------------------|------------|-------|----------|
| Informações    | PB_INFORMAÇÕES_BÁSICAS_DC_P | 24/10/2018 |       | Aceito   |

Endereço: HUMAITA 1650  
 Bairro: CENTRO CEP: 14.801-903  
 UF: SP Município: ARARAQUARA  
 Telefone: (16)3301-6459 E-mail: cep@foar.unesp.br



Continuação do Parecer: 2.998.389

|                                                           |                                                        |                        |                                     |        |
|-----------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------|------------------------|-------------------------------------|--------|
| Básicas do Projeto                                        | ETO_1209571.pdf                                        | 09:40:54               |                                     | Aceito |
| Outros                                                    | carta_resposta_.pdf                                    | 24/10/2018<br>09:40:23 | Juliane Maria<br>Guerreiro Tanomaru | Aceito |
| Outros                                                    | autorizacao_laboratorio_biomateriais_.pdf              | 12/09/2018<br>17:21:03 | Juliane Maria<br>Guerreiro Tanomaru | Aceito |
| Outros                                                    | detalhamento_de_despesas_do_projeto_.pdf               | 12/09/2018<br>17:19:25 | Juliane Maria<br>Guerreiro Tanomaru | Aceito |
| TCLE / Termos de Assentimento / Justificativa de Ausência | solicitacao_de_despensa_do_termo_de_consentimento_.pdf | 12/09/2018<br>17:16:57 | Juliane Maria<br>Guerreiro Tanomaru | Aceito |
| Orçamento                                                 | orcamento_detalhado_.pdf                               | 12/09/2018<br>17:15:47 | Juliane Maria<br>Guerreiro Tanomaru | Aceito |
| Outros                                                    | declaracao_de_devolucao_ao_osp_.pdf                    | 31/08/2018<br>12:33:32 | Juliane Maria<br>Guerreiro Tanomaru | Aceito |
| Outros                                                    | declaracao_ao_comite_de_etica_.pdf                     | 31/08/2018<br>12:28:26 | Juliane Maria<br>Guerreiro Tanomaru | Aceito |
| Outros                                                    | declaracao_de_nao_ressarcimento_.pdf                   | 31/08/2018<br>12:26:31 | Juliane Maria<br>Guerreiro Tanomaru | Aceito |
| Outros                                                    | termo_de_compromisso.pdf                               | 31/08/2018<br>12:23:15 | Juliane Maria<br>Guerreiro Tanomaru | Aceito |
| Outros                                                    | autorizacao_micro_ct_.pdf                              | 31/08/2018<br>12:15:42 | Juliane Maria<br>Guerreiro Tanomaru | Aceito |
| Projeto Detalhado / Brochura Investigador                 | projeto_de_pesquisa_airton.pdf                         | 31/08/2018<br>12:08:11 | Juliane Maria<br>Guerreiro Tanomaru | Aceito |
| Folha de Rosto                                            | folha_de_rosto.pdf                                     | 31/08/2018<br>12:03:23 | Juliane Maria<br>Guerreiro Tanomaru | Aceito |

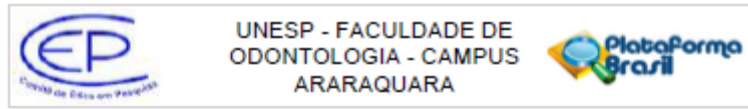
**Situação do Parecer:**

Aprovado

**Necessita Apreciação da CONEP:**

Não

|                         |                           |
|-------------------------|---------------------------|
| Endereço: HUMAITA 1680  | CEP: 14.801-903           |
| Bairro: CENTRO          |                           |
| UF: SP                  | Município: ARARAQUARA     |
| Telefone: (16)3301-6459 | E-mail: cep@foar.unesp.br |



Continuação do Processo: 6.033.109

ARARAQUARA, 02 de Fevereiro de 2024

---

Assinado por:  
Andréa Gonçalves  
(Coordenador(a))

Endereço: HUMAITA 1680, SALA 512  
Bairro: CENTRO Município: ARARAQUARA CEP: 14.801-003  
UF: SP Telefone: (16)3301-6459 E-mail: cep.foar@unesp.br

**Não autorizo a publicação deste trabalho pelo prazo de 27 de março de 2026**

**(Direitos de publicação reservado ao autor)**

**Araraquara, 27 de março de 2024.**

**Pedro Henrique Fiorin de Souza**