

RESSALVA

Atendendo solicitação do(a)
autor(a), o texto completo desta tese
será disponibilizado somente a partir
de 06/03/2022



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



Fernanda Ferrari Esteves Torres

**Desenvolvimento de novas metodologias utilizando Micro-CT para avaliação
de propriedades físico-químicas de materiais reparadores e cimentos
endodônticos**

Araraquara

2020



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



Fernanda Ferrari Esteves Torres

**Desenvolvimento de novas metodologias utilizando Micro-CT para avaliação
de propriedades físico-químicas de materiais reparadores e cimentos
endodônticos**

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

Orientador: Mário Tanomaru Filho

Araraquara

2020

Torres, Fernanda Ferrari Esteves

Desenvolvimento de novas metodologias utilizando Micro-CT para avaliação de propriedades físico-químicas de materiais reparadores e cimentos endodônticos / Fernanda Ferrari Esteves Torres. -- Araraquara:

[s.n.], 2020

162 f.; 30 cm.

Tese (Doutorado em Odontologia) – Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Odontologia

Orientador: Prof. Dr. Mario Tanomaru Filho

1. Endodontia 2. Materiais dentários 3. Propriedades físicas
4. Propriedades químicas 5. Microtomografia por Raio-X

I. Título

Ficha catalográfica elaborada pela Bibliotecária Marley C. Chiusoli Montagnoli, CRB-8/5646

Universidade Estadual Paulista (Unesp), Faculdade de Odontologia, Araraquara

Diretoria Técnica de Biblioteca e Documentação

Fernanda Ferrari Esteves Torres

**Desenvolvimento de novas metodologias utilizando Micro-CT para avaliação
de propriedades físico-químicas de materiais reparadores e cimentos
endodônticos**

Comissão julgadora

Tese para obtenção do grau de Doutor em Odontologia

Presidente e orientador: Prof. Dr. Mario Tanomaru Filho

2º Examinador: Prof. Dr. Marco Antonio Hungaro Duarte

3º Examinador: Profa. Dra. Yara Terezinha Correa Silva Sousa

4º Examinador: Prof. Dr. Fuad Jacob Abi Rached Junior

5º Examinador: Prof. Dr. Idomeo Bonetti Filho

Araraquara, 06 de março de 2020.

DADOS CURRICULARES

Fernanda Ferrari Esteves Torres

NASCIMENTO: 04 de julho de 1990. Araraquara, São Paulo, Brasil.

FILIAÇÃO: Fernando Esteves Torres e Ruth Ferrari Esteves Torres

2009-2013 Curso de Graduação em Odontologia - Faculdade de Odontologia de Araraquara – FOAr, Universidade Estadual Paulista – UNESP

2014-2016 Especialização em Endodontia - Fundação Araraquarense de Ensino e Pesquisa em Odontologia – FAEPO - UNESP

2014-2016 Curso de Pós-Graduação em Odontologia, Área de Concentração em Endodontia – Nível Mestrado – FOAr, UNESP

2018 Período Sanduíche Doutorado - Faculdade de Medicina, Universidade Católica de Leuven – KU Leuven, Bélgica

2016-2020 Curso de Pós-Graduação em Odontologia, Área de Concentração em Endodontia – Nível Doutorado – FOAr, UNESP

Dedico este trabalho aos meus pais, **Fernando e Ruth**, pelo apoio incondicional que me proporcionaram durante o doutorado, bem como nas etapas antecessoras, permitindo a realização deste sonho. Amo muito vocês!

AGRADECIMENTOS

Primeiramente agradeço a **Deus** por me dar saúde, disposição, disciplina, intuição e sorte.

Aos **meus pais** por me darem todas as orientações para que eu compreendesse desde muito jovem a importância da educação em todos os sentidos. Vocês são meus maiores exemplos, além da minha base e porto seguro! Tenho muito orgulho de vocês! Obrigada por confiarem em mim, me apoiarem e me darem todas as condições necessárias para concluir mais esta etapa. Amo muito vocês!

Ao meu noivo **Renato** por todo apoio e companheirismo durante os momentos do doutorado, inclusive por embarcar (literalmente rs) comigo nos desafios que a pós-graduação me deu. Muito obrigada por toda ajuda nas ilustrações dos artigos e, principalmente, por me escolher para trilhar os caminhos e construir um futuro ao seu lado.

À minha irmã **Tatiane** por ser minha parceira desde sempre. Serei eternamente grata a Deus e aos nossos pais por me darem a oportunidade de ser sua irmã. Eu fui o teste e você a versão melhorada (rs). A vida não teria sido tão boa se eu não tivesse você para compartilhar!

À minha avó, **Dona Maria**, por todo amor a mim empenhado e por ser meu maior exemplo de humildade e simplicidade.

Ao meu orientador, **Prof. Dr. Mário Tanomaru Filho**, por quem tenho uma enorme admiração como profissional e pessoa. Obrigada por confiar em mim, me incentivar e me inspirar na busca diária pela excelência. Devo esta conquista ao senhor, por sempre me mostrar que era possível fazer mais e melhor. Agradeço por todas as oportunidades, paciência e dedicação ao guiar meus passos. Parafraseando Isaac Newton, "Se pude ver mais longe, foi por estar apoiada sobre ombros de gigantes."

À **Profª. Drª. Juliane Maria Guerreiro Tanomaru** por toda dedicação, apoio e oportunidade que me disponibiliza desde a graduação. Minha eterna gratidão!

Aos **meus familiares e amigos de infância** por sempre torcerem por mim e entenderem minha ausência quando necessária. Vocês são minhas raízes e meu lar.

Aos meus sogros **Sérgio e Antônia** e meus cunhados **Rafael e Alessandra** por todo carinho. Ao meu sobrinho e afilhado **Arthur**, por trazer cor e alegria aos nossos dias.

À **Faculdade de Odontologia de Araraquara - FOAr, Universidade Estadual Paulista - UNESP**, representada pela **Prof.^a Dr.^a Elaine Maria Sgavioli Massucato** e pelo **Prof. Dr. Edson Alves de Campos**, pela infraestrutura desta instituição que tem sido minha segunda casa há dez anos.

Ao **Programa de Pós-Graduação em Odontologia - FOAr/UNESP**, na pessoa do Coordenador **Prof. Dr. Joni Augusto Cirelli**. Quando representante discente do conselho deste programa pude observar de perto seu comprometimento para que seus alunos tenham uma formação acadêmica de excelência. Tenho muita admiração pelo senhor e pelo trabalho que desempenha.

Ao **Professores Doutores Idomeo Bonetti Filho, Fábio Luiz Camargo Villela Berbert, Renato de Toledo Leonardo e Gisele Faria** por todos os ensinamentos durante a graduação e pós-graduação. Levarei comigo com muito respeito e gratidão cada ensinamento compartilhado.

Às minhas queridas amigas, professoras e exemplos que a pós-graduação me deu, **Gisselle Moraima Chavez Andrade, Roberta Bosso Martelo e Camila Galletti Espir**. Obrigada **Gisselle** por ter me recebido na iniciação científica e me moldado para absorver tantos conhecimentos. Sei de todo seu esforço, sua luta e sua fé, fazendo com que eu tenha muita admiração por você como pessoa, profissional e mãe. Inclusive, agradeço por ter feito esse papel de minha segunda mãe desde quando iniciei a pesquisa na endodontia. Obrigada **Roberta** por ter sido minha co-orientadora durante o mestrado e continuar partilhando seu conhecimento até os dias atuais, com tanto amor e serenidade. Obrigada **Camila** por tantos ensinamentos voltados ao micro-CT e à vida. Sua organização, persistência, resiliência e energia positiva são inspiradoras. Que sorte a minha ter aprendido e convivido com pessoas tão especiais como vocês!

Às amigas de turma **Kennia Scapin Viola e Lauriê Garcia Belizário** por todos os bons momentos compartilhados.

Aos amigos **Wilfredo Gustavo Escalante Otárola e Gabriela Mariana Castro Nuñez** pelo intercambio cultural e acadêmico. Como já disse muitas vezes, vocês são os profissionais mais completos que tive a oportunidade de conhecer. Obrigada por tudo!

Aos demais amigos de pós-graduação pelo convívio saudável e a troca de experiências e ideias (em especial ao amigo **Jáder Camilo Pinto**).

À técnica responsável pelos escaneamentos em micro-CT, **Luana Sabino**, por toda paciência e dedicação para que este trabalho pudesse ser concluído.

Aos **funcionários do Departamento de Odontologia Restauradora**, em especial à **Dona Cida** por nos permitir trabalhar em um ambiente limpo e organizado, com um café quentinho para nos despertar. Agradeço também à **Creuza Hortenci** por todo trabalho prestado ao nosso departamento e aos funcionários da pós-graduação **José Alexandre Garcia e Cristiano Afonso Lamounier** por toda paciência e dedicação com a qual exercem suas funções. Às funcionárias da biblioteca da FOAr, em especial à **Ana Cristina Jorge** por toda colaboração e disponibilidade. Um super agradecimento também ao **Renan Cesar Palomino** por estar sempre disponível para ajudar, sendo sempre tão proativo e gentil. Muito obrigada por tudo!

À **Faculdade de Medicina, Universidade Católica de Leuven (KU Leuven), Bélgica** pelo acolhimento e oportunidade singular. Palavras nunca serão suficientes para expressar minha gratidão por vivenciar essa experiência. Agradeço à **Profa. Dra. Reinhilde Jacobs** por me aceitar e confiar em meu potencial. Com certeza a senhora me permitiu voltar ao Brasil com a bagagem cheia de conhecimento e gratidão. Agradeço a todos os amigos que lá me receberam, dividindo muito conhecimento e ótimos momentos. Um agradecimento especial à **Prof^a. Dr^a. Karla de Faria Vasconcelos** por ser uma excelente profissional e, de longe, uma das melhores pessoas que eu tive o privilégio de conviver. Você tornou tudo muito melhor e mais fácil. Obrigada, Karlinha, por esse (re)encontro! Muita saudade!

Ao **Instituto de Física, Universidade de São Paulo (IFSC-USP)** pela parceria no desenvolvimento deste trabalho. Um agradecimento especial ao **Prof. Dr. Tito José Bonagamba** e ao **Dr. Everton Lucas Oliveira** por tornar esta colaboração possível e serem sempre tão solícitos.

Aos professores que aceitaram o convite para compor a banca de defesa dessa tese de doutorado, **Prof. Dr. Marco Antonio Hungaro Duarte, Prof^a. Dr^a Yara Terezinha Correa Silva Sousa, Prof. Dr. Fuad Jacob Abi Rached Junior e Prof. Dr. Idomeo Bonetti Filho** pela disponibilidade em melhorar nossos trabalhos.

À FAPESP – Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo
(Processos nº 2016/00321-0 e 2017/22481-1) pelo apoio financeiro essencial para
realização dessa pesquisa.

“Agir, eis a inteligência verdadeira. Serei o que quiser. Mas tenho que querer o que for. O êxito está em ter êxito, e não em ter condições de êxito. Condições de palácio tem qualquer terra larga, mas onde estará o palácio se não o fizerem ali?”
Fernando Pessoa*

* Fernando Pessoa apud Soares, B. Livro do desassossego. Lisboa: Ática; 1982. v.2.

Torres FFE. Desenvolvimento de novas metodologias utilizando Micro-CT para avaliação de propriedades físico-químicas de materiais reparadores e cimentos endodônticos [tese de doutorado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2020.

RESUMO

Este estudo avaliou novas propostas e parâmetros necessários para análise físico-química de materiais empregando micro-CT. Os materiais utilizados nos subprojetos 1, 2, 3 e 5 foram: AH Plus, Fill Canal e Sealapex; Biodentine, IRM e MTA. Foram aplicados os testes estatísticos ANOVA/Tukey e teste T ($\alpha=.05$). **Subprojeto 1-** avaliou por micro-CT o efeito do tempo de imersão em água destilada (7 e 30 dias) na alteração volumétrica de cimentos endodônticos inseridos em cavidades simuladas em moldes de resina. Todos os cimentos obturadores apresentaram diferença na porcentagem de alteração volumétrica de 7 para 30 dias de imersão. Conclui-se que períodos maiores de imersão podem influenciar as alterações volumétricas de materiais. **Subprojeto 2-** avaliou a influência do tamanho de corpos de prova (espessura de 1,50 mm e diâmetros internos de 6,30, 7,75 e 9,00 mm) na alteração volumétrica de materiais após imersão em água. Sealapex e Biodentine apresentaram a maior perda de volume. O tamanho das amostras não afetou a porcentagem de alteração volumétrica dos materiais. **Subprojeto 3-** avaliou escoamento e preenchimento volumétrico dos materiais usando diferentes modelos de teste. Biodentine apresentou menor escoamento e melhor preenchimento que IRM quando avaliado no modelo com maior altura, enquanto MTA apresentou o maior escoamento neste modelo. Não houve diferença no escoamento e preenchimento proporcionados pelos cimentos obturadores nos diferentes modelos e metodologias. Conclui-se que canaletas com maior altura e materiais com maior escoamento proporcionam menor capacidade de preenchimento para cimentos retrobturadores, enquanto que para os cimentos obturadores não houve influência dos modelos. **Subprojeto 4-** avaliou o efeito da imersão em água destilada e PBS na solubilidade e alteração volumétrica de cimentos endodônticos à base de silicato de cálcio (TotalFill BC Sealer, Sealer Plus BC e Bio-C Sealer), em comparação ao AH Plus. Os cimentos de silicato de cálcio apresentaram maior solubilidade e alteração volumétrica quando imersos em água destilada, mostrando maiores valores que AH Plus. **Subprojeto 5-** avaliou MTA, IRM e Biodentine, após preenchimento de retrocavidades em pré-molares superiores. **5A-** Foram avaliados estabilidade volumétrica e morfológica, porosidade e vazios na interface material/dentina antes e após imersão em PBS. Todos os materiais apresentaram estabilidade volumétrica. Biodentine apresentou redução dimensional e aumento na porosidade e espessura de vazios após a imersão. Conclui-se que MTA apresentou estabilidade dimensional e volumétrica, apesar de maior porosidade que Biodentine. IRM apresentou estabilidade após imersão. **5B-** Avaliou o impacto do tamanho do voxel (5, 10 e 20 μm) na avaliação por micro-CT da interface material/dentina e espessura dos cimentos, além da aplicação de diferentes softwares na análise do volume e porosidade dos materiais nos tamanhos de voxel citados. Foram observados aumento de volume e espessura, além de redução na porosidade e vazios na interface quando os materiais foram avaliados a 20 μm . Quando comparados os softwares, Biodentine mostrou diferenças para avaliação de volume e porosidade em todos os tamanhos de voxel. Conclui-se que maiores resoluções e

radiopacidade dos materiais aumentaram a similaridade entre os softwares e a confiabilidade dos resultados.

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

Torres FFE. Development of new methodologies using Micro-CT to evaluate physicochemical properties of reparative materials and root canal sealers [tese de doutorado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2020.

ABSTRACT

This study evaluated new proposals and the necessary parameters for physicochemical analysis of materials using micro-CT. The materials used in subprojects 1, 2, 3 and 5 were: AH Plus, Fill Canal and Sealapex; Biodentine, IRM and MTA. The ANOVA/Tukey and T tests ($\alpha = .05$) were applied. **Subproject 1-** evaluated by micro-CT the effect of immersion time in distilled water (7 and 30 days) on the volumetric change of endodontic materials inserted in simulated cavities in resin molds. All root canal sealers showed a difference in the percentage of volumetric change from 7 to 30 days of immersion. It is concluded that longer immersion periods can influence the volumetric changes of materials. **Subproject 2-** evaluated the influence of the size of specimens (thickness of 1.50 mm and internal diameters of 6.30, 7.75 and 9, 00 mm) in the volumetric change of materials after immersion in water. Sealapex and Biodentine showed the greatest volume loss. The sample size did not affect the percentage of volumetric change in the materials. **Subproject 3-** evaluated flow and volumetric filling of materials using different test models. Biodentine showed less flow and better filling than IRM when evaluated in the model with the highest height, while MTA presented the highest flow in this model. There was no difference in the flow and filling provided by the root canal sealers in the different models and methodologies. It is concluded that grooves with higher height and materials with greater flow provide less filling capacity for root-end filling cements, while for root canal sealers there was no influence of the models. **Subproject 4-** evaluated the effect of immersion in distilled water and PBS on the solubility and volumetric change of calcium silicate-based endodontic sealers (TotalFill BC Sealer, Sealer Plus BC and Bio-C Sealer), compared to AH Plus. Calcium silicate-based sealers showed greater solubility and volumetric changes when immersed in distilled water, showing higher values than AH Plus. **Subproject 5-** evaluated MTA, IRM and Biodentine, after root-end filling in maxillary premolars. **5A-** Volumetric and morphological stability, porosity and voids at the material/dentin interface were evaluated before and after immersion in PBS. All materials showed volumetric stability. Biodentine showed a dimensional reduction and an increase in the porosity and thickness of voids after immersion. It is concluded that MTA presented dimensional and volumetric stability, despite greater porosity than Biodentine. IRM showed stability after immersion. **5B-** Evaluated the impact of the voxel size (5, 10 and 20 μm) in the micro-CT evaluation of the material/dentin interface and cement thickness, in addition to the application of different software packages on analysis of volume and porosity of the materials in these cited voxel sizes. Increased volume and thickness were observed, as well as reduced porosity and voids at the interface when the materials were evaluated at 20 μm . When comparing the software packages, Biodentine showed differences for the evaluation of volume and porosity in all voxel sizes. It is concluded that higher resolution and radiopacity of the materials increased the similarity between the software and the reliability of the results.

Keywords: Endodontics. Dental Materials. Physical properties. Chemical properties. X-Ray microtomography.

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	15
2 PROPOSIÇÃO	20
3 PUBLICAÇÕES	21
3.1 Publicação 1	21
3.2 Publicação 2	34
3.3 Publicação 3	46
3.4 Publicação 4	56
3.5 Publicação 5	65
3.6 Publicação 6	79
3.7 Publicação 7	97
3.8 Publicação 8	113
4 DISCUSSÃO	130
5 CONCLUSÃO	134
REFERÊNCIAS	135
APÊNDICES	144
ANEXOS	154

1 INTRODUÇÃO

Materiais endodônticos devem apresentar propriedades físico-químicas de acordo com normas e testes padronizados definidos pela ANSI-American National Standards Institute / ADA -American Dental Association (ADA)¹ e ISO - International Organization for Standardization², que estabelecem metodologias padronizadas para análise do tempo de presa, escoamento, espessura de filme, solubilidade, radiopacidade, estabilidade dimensional e resistência à compressão para cimentos.

O escoamento dos materiais endodônticos é necessário para o preenchimento do canal radicular ou cavidade retrógrada^{3,4}. O teste de avaliação determinado pela ISO 6876² é realizado por meio da colocação de $0,05 \pm 0,005$ mL do material no centro de uma placa de vidro. Após 180 ± 5 s deve-se colocar uma segunda placa de vidro, seguido por um peso proporcionando massa total na placa de 120 ± 2 g. Dez minutos após o início da mistura o diâmetro máximo e mínimo do disco de cimento formado é mensurado. Se a diferença entre esses diâmetros for menor que 1 mm, a média dos diâmetros é anotada. Esta estabelece que cimentos endodônticos devem apresentar diâmetro superior a 17 mm de escoamento. Entretanto, a metodologia proposta pela ISO não fornece correlação entre escoamento e capacidade de preenchimento dos materiais⁵.

A solubilidade dos cimentos obturadores é uma propriedade importante uma vez que a dissolução do material pode favorecer infiltração, comprometendo o sucesso do tratamento⁶. De acordo com os padrões estabelecidos pela ISO 6876² ou ANSI/ADA nº 57¹, os cimentos devem apresentar valores inferiores a 3% de solubilidade. A avaliação da solubilidade é realizada pela diferença de massa, em gramas, antes e após a imersão em água⁷ após um período de 24 horas. No entanto, períodos maiores de análise são utilizados com o intuito de representar o comportamento dos materiais ao longo do tempo⁸⁻¹⁴.

A estabilidade dimensional é também uma propriedade essencial para os materiais endodônticos, visto que a contração pode favorecer infiltração de microrganismos e seus produtos tóxicos, comprometendo o selamento endodôntico¹⁵. Embora a avaliação desta propriedade tenha sido removida da norma ISO 6876/2012, as especificações ISO 6876/2002 indicam que a alteração dimensional não deve exceder 1,0% em contração ou 0,1% em expansão. O teste utiliza corpos de prova com 12 mm de altura e 6 mm de diâmetro, preenchidos com

2 g de cimento. Os corpos de prova são mensurados com paquímetro digital e posteriormente acondicionados em frascos com água destilada por 30 dias. Após este período de tempo, as amostras são removidas dos recipientes, secas em papel absorvente e novamente medidas.

A ISO 6876 para estabilidade dimensional preconiza mensuração linear, em milímetros, com acurácia de avaliação de $\pm 1 \mu\text{m}$, podendo ser insuficiente para registrar pequenas alterações, além da possibilidade dos materiais contraírem ou expandirem para todas as direções¹⁶. Ainda, a solubilidade é avaliada pela diferença de massa, em gramas, antes e após a imersão em água, sendo que os materiais podem absorver água ou apresentar desintegração durante o armazenamento⁷, levando à necessidade de desenvolvimento de metodologias de avaliação de alterações de volume.

Meios alternativos são propostos para avaliação da solubilidade e alteração dimensional com menor dimensão dos corpos de prova. Carvalho-Junior et al.¹⁷, propuseram amostras com dimensões menores para estas análises reduzindo o material necessário para o experimento, sem afetar a acurácia do método avaliado. Os autores observaram correlação entre os resultados e concluíram que a redução do material das amostras não afeta a precisão dos métodos testados.

Cimentos à base de óxido de zinco e eugenol foram introduzidos na endodontia por Grossman, em 1936, para serem usados juntamente com a gutta-percha na obturação de canais radiculares. Apresentam tempo de presa e escoamento aceitáveis^{18,19}, pequena alteração dimensional^{20,21}, radiopacidade, espessura de filme adequada²¹, além de efeito antimicrobiano^{22,23}. Todavia, a solubilidade destes cimentos mostra valores acima do recomendado^{20,21}.

AH Plus® (Dentsply, DeTrey GmbH, Konstanz, Alemanha) é um cimento à base de resina epóxi que tem sido usado como padrão ouro para comparações com cimentos endodônticos²¹. Análises realizadas segundo metodologias determinadas pela ISO 6876 têm mostrado que este cimento apresenta baixa solubilidade²⁴⁻³² e alteração dimensional^{18,28,33}, adequado tempo de presa^{24,29-31}, escoamento^{24,27-29,31}, penetrabilidade nos túbulos dentinários³⁴ e ótima radiopacidade^{25-27,29,30}.

Sealapex (SybronEndo, Orange, CA, USA) é um cimento à base de hidróxido de cálcio que apresenta adequada propriedade biológica³⁵, capacidade de selamento^{36,37}, escoamento aceitável²⁷ e penetrabilidade nos túbulos dentinários³⁴, embora mostre alta solubilidade^{27,38,39}.

Cimentos à base de silicato de cálcio são indicados para uso na endodontia. Prati e Gandolfi⁴⁰ relatam que esses materiais apresentam presa e promovem selamento em ambientes úmidos, além de apresentarem propriedades mecânicas adequadas. Os cimentos de silicato de cálcio expandem em relação ao volume inicial, o que contribui para a capacidade de selamento⁴¹. Entretanto, alta solubilidade tem sido relatada para esses materiais^{42,43}.

EndoSequence e TotalFill BC Sealer (FKG Dentaire SA, La Chaux-de-Fonds, Suíça) são cimentos endodônticos biocerâmicos pré-misturados prontos para uso⁴⁴. TotalFill BC Sealer apresenta adequadas propriedades físico-químicas, tais como tempo de presa, radiopacidade, escoamento e capacidade de alcalinização^{45,46}, além de propriedades biológicas^{46,47} e efeito antimicrobiano⁴⁷.

Novos cimentos obturadores à base de silicato de cálcio foram lançados recentemente no mercado nacional. Dentre eles, Bio-C Sealer (Angelus, Londrina, PR, Brasil) e Sealer Plus BC (MK Life, Porto Alegre, RS, Brasil). Bio-C Sealer apresenta silicatos de cálcio, aluminato de cálcio, óxido de cálcio, óxido de zircônio, óxido de ferro, dióxido de silício e agente dispersante em sua composição. Estudos prévios mostraram que Bio-C apresenta tempo de presa curto, capacidade de alcalinização do meio, escoamento e radiopacidade adequados⁴³, além de citocompatibilidade⁴⁸. Sealer Plus BC é um material composto por óxido de zircônio, silicato tricálcico, silicato dicálcico, hidróxido de cálcio e propilenoglicol. Sealer Plus BC apresenta adequadas propriedades de tempo de presa, pH, liberação de cálcio, escoamento e radiopacidade⁴⁹, bem como propriedades biológicas satisfatórias⁵⁰. Alta solubilidade tem sido reportada para Bio-C e Sealer Plus BC^{43,49}.

MTA é um biomaterial à base de silicato de cálcio desenvolvido por Torabinejad et al.⁵¹ para o tratamento de perfurações radiculares e como material retrobturador⁵²⁻⁵⁶ que apresenta biocompatibilidade e capacidade de induzir a formação de tecido mineralizado^{22,57}. MTA apresenta radiopacidade^{58,59}, alta capacidade de alcalinização do meio⁵⁸ e baixa solubilidade^{13,59}.

Biodentine (Septodont, Saint Maur des Fossés, France) é um biomaterial à base de silicato de cálcio com propriedades mecânicas semelhantes à dentina, que pode ser utilizado como um substituto da dentina, e com indicações similares ao MTA⁶⁰⁻⁶⁶. Biodentine consiste de um pó e um líquido. O pó contém silicato tricálcico e dicálcico, bem como carbonato de cálcio e óxido de zircônio como radiopacificador. O líquido é constituído por cloreto de cálcio, que é utilizado como um acelerador de

presa e agente redutor de água, em solução aquosa com uma mistura de policarboxilato (um agente superplastificante)^{60,65}. Biodentine apresenta melhor consistência de manipulação⁶⁷, entretanto, maior solubilidade que MTA^{11,13,68}.

Novas metodologias como a microtomografia computadorizada (micro-CT) podem ser usadas para análise de propriedades físico-químicas de cimentos endodôntico. Micro-CT é utilizado para avaliação da correlação entre adaptação marginal de cimentos e sua capacidade seladora^{69,70}, identificando a presença de espaços vazios e falhas entre o material e a superfície da raiz⁷¹⁻⁷³, sendo uma ferramenta de análise 3D não destrutiva para análise da microestrutura interna de materiais obturadores na interface com a dentina⁷⁴. A utilização do micro-CT possibilita também análise volumétrica (em mm³) dos materiais, em diferentes períodos, sendo possível correlacionar esta propriedade com a solubilidade⁶ e alteração dimensional dos cimentos^{13,43,45,75-77}. Trata-se de uma técnica não invasiva, com muitas aplicações na Endodontia^{74,78,79}.

A partir de nova metodologia desenvolvida, a avaliação do escoamento por meio do uso de micro-CT mostrou vantagens na avaliação da capacidade de escoamento e preenchimento em volume de espaços laterais, característica importante para um cimento endodôntico. Tanomaru-Filho et al.⁸⁰ avaliaram o escoamento e preenchimento de cimentos endodônticos (MTA, Biodentine e óxido de zinco e eugenol) em micro-CT. Foi confeccionada placa de vidro com uma cavidade central e 4 canaletas, no sentido horizontal e vertical, a partir dessa cavidade. Os cimentos reparadores foram colocados sobre a cavidade central e sobre eles nova placa de vidro (20 g) e metal (100 g) com massa total de 120 g, de maneira similar ao teste convencional proposto pela ISO 6876². A avaliação foi realizada em micro-CT com relação à mensuração do escoamento linear (mm) do material em cada lado da canaleta (horizontal e vertical) além do preenchimento em volume (mm³) dos materiais nas áreas central e laterais. Os autores observaram ausência de correlação entre escoamento e preenchimento. Embora o estudo tenha demonstrado a importância de novas metodologias utilizando micro-CT para avaliação dessas propriedades, as dimensões ideais para a confecção desse dispositivo precisam ser definidas melhorando a precisão e diferenciação entre materiais. Além disso, a aplicação desta metodologia para avaliação de cimentos obturadores ainda não foi realizada.

Para análise da alteração volumétrica em micro-CT, Torres et al.¹³ utilizaram modelos transparentes à base de resina acrílica confeccionados por meio de moldes metálicos com cavidades de 3 mm de profundidade e 1 mm de diâmetro. Os autores observaram que este teste permitia a avaliação concomitante das propriedades de solubilidade e alteração dimensional. Entretanto, os diâmetros dos corpos de prova podem ser alterados a fim de observar a interação dos materiais com o meio aquoso e suas consequências. Para avaliação da alteração no volume dos materiais, o escaneamento das amostras é realizado inicialmente após a presa dos materiais e após imersão em água destilada. Desta forma, podemos considerar também que a influência do tempo de imersão das amostras na estabilidade volumétrica dos materiais ainda não está definida.

A aquisição das imagens e programas de análise em micro-CT são variadas, sendo que a variação de voxel pode gerar variabilidade de resultados por diferenças de análise. Além disso, variações de parâmetros e programas de análise podem influenciar a obtenção dos dados e precisão dos métodos para cada finalidade. A posterior análise das imagens obtidas também apresenta variação. O uso de softwares específicos do microtomógrafo utilizado ainda se apresenta como a principal ferramenta de análise^{71,81-85}. Porém, outros softwares são propostos⁸⁶⁻⁸⁸, podendo proporcionar novas formas de análises.

Desta forma, este projeto visa realização de diferentes testes com corpos de prova variados, utilizando testes convencionais e micro-CT, a fim de desenvolver metodologias precisas e detalhadas para avaliar algumas propriedades físico-químicas de materiais endodônticos, bem como a definição de protocolos mais adequados para as diferentes avaliações.

5 CONCLUSÃO

Com os resultados do presente estudo, podemos concluir que:

Subprojeto 1- O tempo de imersão em água destilada tende a aumentar a perda de volume de cimentos endodônticos. Portanto, períodos maiores de imersão possibilitam avaliação confiável do comportamento dos materiais ao longo do tempo.

Subprojeto 2- O tamanho das amostras não afetou a porcentagem de alteração volumétrica dos cimentos, podendo o pesquisador utilizar menores quantidades de materiais sem afetar a acurácia dos resultados.

Subprojeto 3- Canaletas com maior altura e materiais com maior escoamento proporcionaram menor capacidade de preenchimento para cimentos retrobturadores. As variações nos modelos de teste não influenciaram a avaliação do escoamento e preenchimento dos cimentos obturadores.

Subprojeto 4- Embora cimentos obturadores à base de silicato de cálcio apresentem maior solubilidade que AH Plus, tais materiais mostram baixas alterações volumétricas. Armazenamento em PBS reduz a solubilidade e perda volumétrica de cimentos à base de silicato de cálcio.

Subprojeto 5- MTA apresenta estabilidade dimensional e volumétrica, apesar de maior porosidade que Biodentine após imersão em PBS. Maiores resoluções das imagens e radiopacidade dos materiais aumentam a confiabilidade dos resultados voltados para propriedades físico-químicas de cimentos reparadores. Desta forma, com base nos resultados do presente estudo podemos sugerir a utilização do tamanho de voxel de 5 μm quando associando os programas MeVisLab e Materialise 3matic para avaliação do volume e espessura de cimentos retrobturadores. Quando utilizando o programa CTAn para análise do volume dos materiais e da presença de vazios na interface material/dentina, 5 μm deve ser empregado para materiais com menores radiopacidades, como Biodentine e 10 μm para materiais mais radiopacos, como MTA e IRM. Ainda para este software, a porosidade no interior dos materiais é melhor avaliada a 5 μm .

REFERÊNCIAS*

1. American National Standards Institute/American Dental Association (ANSI/ADA). Specification no. 57 ADA. Laboratory testing methods: endodontic filling and sealing materials: endodontic sealing materials. Chicago: ANSI/ADA; 2000.
2. International Organization for Standardization Dentistry (ISO). ISO 6876: root canal sealing materials. London: British Standards Institution; 2002.
3. Zicari F, Couthino E, De Munck J, Poitevin A, Scotti R, Naert I et al. Bonding effectiveness and sealing ability of fiber-post bonding. *Dent Mater*. 2008; 24(7): 967-77.
4. Duarte MA, Ordinola-Zapata R, Bernardes RA, Bramante CM, Bernardineli N, Garcia RB et al. Influence of calcium hydroxide association on the physical properties of AH Plus. *J Endod*. 2010; 36(6): 1048-51.
5. Almeida JF, Gomes BP, Ferraz CC, Souza-Filho FJ, Zaia AA. Filling of artificial lateral canals and microleakage and flow of five endodontic sealers. *Int Endod J*. 2007; 40(9): 692-9.
6. Cavenago BC, Pereira TC, Duarte MA, Ordinola-Zapata R, Marciano MA, Bramante CM et al. Influence of powder-to-water ratio on radiopacity, setting time, pH, calcium ion release and a micro-CT volumetric solubility of white mineral trioxide aggregate. *Int Endod J*. 2014; 47(2): 120-6.
7. 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.
8. Schafer E, Zandbiglari T. Solubility of root-canal sealers in water and artificial saliva. *Int Endod J*. 2003; 36(10): 660-9.
9. Fridland M, Rosado R. MTA solubility: a long term study. *J Endod*. 2005; 31(5): 376-9.
10. Ceci M, Beltrami R, Chiesa M, Colombo M, Poggio C. Biological and chemical-physical properties of root-end filling materials: a comparative study. *J Conserv Dent*. 2015; 18(2): 94-9.
11. Singh S, Podar R, Dadu S, Kulkarni G, Purba R. Solubility of a new calcium silicate-based root-end filling material. *J Conserv Dent*. 2015; 18(2): 149-53.
12. Samiei M, Shahi S, Aslaminabadi N, Valizadeh H, Aghazadeh Z, Pakdel SM. A new simulated plasma for assessing the solubility of mineral trioxide aggregate. *Iran Endod J*. 2015; 10(1): 30-4.

* 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>

13. Torres FFE, Bosso-Martelo R, Espir CG, Cirelli JA, Guerreiro-Tanomaru JM, Tanomaru-Filho M. Evaluation of physicochemical properties of root-end filling materials using conventional and micro-CT tests. *J Appl Oral Sci.* 2017; 25(4): 374-80.
14. Urban K, Neuhaus J, Donnermeyer D, Schafer E, Dammaschke T. Solubility and pH value of 3 different root canal sealers: a long-term investigation. *J Endod.* 2018; 44(11): 1736-40.
15. Williamson AE, Dawson DV, Drake DR, Walton RE, Rivera EM. Effect of root canal filling/sealer systems on apical endotoxin penetration: a coronal leakage evaluation. *J Endod.* 2005; 31(8): 599-604.
16. Camilleri J, Mallia B. Evaluation of the dimensional changes of mineral trioxide aggregate sealer. *Int Endod J.* 2011; 44(5): 416-24.
17. Carvalho-Junior JR, Correr-Sobrinho L, Correr AB, Sinhorette MA, Consani S, Sousa-Neto MD. Solubility and dimensional change after setting of root canal sealers: a proposal for smaller dimensions of test samples. *J Endod.* 2007; 33(9): 1110-6.
18. Marin-Bauza GA, Silva-Sousa YT, da Cunha SA, Rached-Junior FJ, Bonetti-Filho I, Sousa-Neto MD et al. Physicochemical properties of endodontic sealers of different bases. *J Appl Oral Sci.* 2012; 20(4): 455-61.
19. Weckwerth PH, Lima FL, Greatti VR, Duarte MA, Vivan RR. Effects of the association of antifungal drugs on the antimicrobial action of endodontic sealers. *Braz Oral Res.* 2015; 29(1): 1-7.
20. Carvalho-Junior JR, Guimaraes LF, Correr-Sobrinho L, Pecora JD, Sousa-Neto MD. Evaluation of solubility, disintegration, and dimensional alterations of a glass ionomer root canal sealer. *Braz Dent J.* 2003; 14(2): 114-8.
21. Garrido AD, Lia RC, Franca SC, da Silva JF, Astolfi-Filho S, Sousa-Neto MD. Laboratory evaluation of the physicochemical properties of a new root canal sealer based on Copafiera multijuga oil-resin. *Int Endod J.* 2010; 43(4): 283-91.
22. Tanomaru JM, Tanomaru-Filho M, Hotta J, Watanabe E, Ito IY. Antimicrobial activity of endodontic sealers based on calcium hydroxide and MTA. *Acta Odontol Latinoam.* 2008; 21(2): 147-51.
23. Morgental RD, Vier-Pelisser FV, Oliveira SD, Antunes FC, Cogo DM, Kopper PM. Antibacterial activity of two MTA-based root canal sealers. *Int Endod J.* 2011; 44(12): 1128-33.
24. Amoroso-Silva PA, Guimaraes BM, Marciano MA, Duarte MA, Cavenago BC, Ordinola-Zapata R et al. Microscopic analysis of the quality of obturation and physical properties of MTA Fillapex. *Microsc Res Tech.* 2014; 77(12): 1031-6.
25. Canadas PS, Berastegui E, Gatón-Hernández P, Silva LA, Leite GA, Silva RS. Physicochemical properties and interfacial adaptation of root canal sealers. *Braz Dent J.* 2014; 25(5): 435-41.

26. Borges AH, Orcati Dorileo MC, Dalla Villa R, Borba AM, Semenoff TA, Guedes OA et al. Physicochemical properties and surfaces morphologies evaluation of MTA FillApex and AH plus. *ScientificWorldJournal*. 2014; 2014: 589732.
27. Viapiana R, Flumignan DL, Guerreiro-Tanomaru JM, Camilleri J, Tanomaru-Filho M. Physicochemical and mechanical properties of zirconium oxide and niobium oxide modified Portland cement-based experimental endodontic sealers. *Int Endod J*. 2014; 47(5): 437-48.
28. Barros J, Silva MG, Rodrigues MA, Alves FR, Lopes MA, Pina-Vaz I et al. Antibacterial, physicochemical and mechanical properties of endodontic sealers containing quaternary ammonium polyethylenimine nanoparticles. *Int Endod J*. 2014; 47(8): 725-34.
29. Sonntag D, Ritter A, Burkhart A, Fischer J, Mondrzyk A, Ritter H. Experimental amine-epoxide sealer: a physicochemical study in comparison with AH Plus and EasySeal. *Int Endod J*. 2015; 48(8): 747-56.
30. Schafer E, Bering N, Burklein S. Selected physicochemical properties of AH Plus, EndoREZ and RealSeal SE root canal sealers. *Odontology*. 2015; 103(1): 61-5.
31. Arias-Moliz MT, Ruiz-Linares M, Cassar G, Ferrer-Luque CM, Baca P, Ordinola-Zapata R et al. The effect of benzalkonium chloride additions to AH Plus sealer. Antimicrobial, physical and chemical properties. *J Dent*. 2015; 43(7): 846-54.
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. Zhou HM, Shen Y, Zheng W, Li L, Zheng YF, Haapasalo M. Physical properties of 5 root canal sealers. *J Endod*. 2013; 39(10): 1281-6.
34. Silva RV, Silveira FF, Horta MC, Duarte MA, Cavenago BC, Morais IG et al. Filling effectiveness and dentinal penetration of endodontic sealers: a stereo and confocal laser scanning microscopy study. *Braz Dent J*. 2015; 26(5): 541-6.
35. Eldeniz AU, Erdemir A, Kurtoglu F, Esener T. Evaluation of pH and calcium ion release of Acroseal sealer in comparison with Apexit and Sealapex sealers. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod*. 2007; 103(3): e86-91.
36. Oliveira AC, Tanomaru JM, Faria-Junior N, Tanomaru-Filho M. Bacterial leakage in root canals filled with conventional and MTA-based sealers. *Int Endod J*. 2011; 44(4): 370-5.
37. Michelotto AL, Gasparetto JC, Campos FR, Sydney GB, Pontarolo R. Applying liquid chromatography-tandem mass spectrometry to assess endodontic sealer microleakage. *Braz Oral Res*. 2015; 29(1): 1-7.
38. Faria-Junior NB, Tanomaru-Filho M, Berbert FL, Guerreiro-Tanomaru JM. Antibiofilm activity, pH and solubility of endodontic sealers. *Int Endod J*. 2013; 46(8): 755-62.

39. Ersahan S, Aydin C. Solubility and apical sealing characteristics of a new calcium silicate-based root canal sealer in comparison to calcium hydroxide-, methacrylate resin- and epoxy resin-based sealers. *Acta Odontol Scand*. 2013; 71(3-4): 857-62.
40. Prati C, Gandolfi MG. Calcium silicate bioactive cements: biological perspectives and clinical applications. *Dent Mater*. 2015; 31(4): 351-70.
41. Gandolfi MG, Iacono F, Agee K, Siboni F, Tay F, Pashley DH et al. Setting time and expansion in different soaking media of experimental accelerated calcium-silicate cements and ProRoot MTA. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod*. 2009; 108(6): e39-45.
42. Gandolfi MG, Siboni F, Botero T, Bossu M, Riccitiello F, Prati C. Calcium silicate and calcium hydroxide materials for pulp capping: biointeractivity, porosity, solubility and bioactivity of current formulations. *J Appl Biomater Funct Mater*. 2015; 13(1): 43-60.
43. 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.
44. Hess D, Solomon E, Spears R, He J. Retreatability of a bioceramic root canal sealing material. *J Endod*. 2011; 37(11): 1547-9.
45. Tanomaru-Filho M, Torres FFE, Chavez-Andrade GM, de Almeida M, Navarro LG, Steier L et al. Physicochemical properties and volumetric change of silicone/bioactive glass and calcium silicate-based endodontic sealers. *J Endod*. 2017; 43(12): 2097-101.
46. Zamparini F, Siboni F, Prati C, Taddei P, Gandolfi MG. Properties of calcium silicate-monobasic calcium phosphate materials for endodontics containing tantalum pentoxide and zirconium oxide. *Clin Oral Investig*. 2019; 23(1): 445-57.
47. Zordan-Bronzel CL, Tanomaru-Filho M, Rodrigues EM, Chavez-Andrade GM, Faria G, Guerreiro-Tanomaru JM. Cytocompatibility, bioactive potential and antimicrobial activity of an experimental calcium silicate-based endodontic sealer. *Int Endod J*. 2019; 52(7): 979-86.
48. Lopez-Garcia S, Pecci-Lloret MR, Guerrero-Girones J, Pecci-Lloret MP, Lozano A, Llena C et al. Comparative cytocompatibility and mineralization potential of Bio-C Sealer and TotalFill BC Sealer. *Materials (Basel)*. 2019; 12(19): pii: E3087.
49. Mendes AT, Silva PBD, So BB, Hashizume LN, Vivan RR, Rosa RAD et al. Evaluation of physicochemical properties of new calcium silicate-based sealer. *Braz Dent J*. 2018; 29(6): 536-40.
50. Benetti F, de Azevedo Queiroz IO, Oliveira PHC, Conti LC, Azuma MM, Oliveira SHP et al. Cytotoxicity and biocompatibility of a new bioceramic endodontic sealer containing calcium hydroxide. *Braz Oral Res*. 2019; 33(1): e042.

51. Torabinejad M, Watson TF, Pitt Ford TR. Sealing ability of a mineral trioxide aggregate when used as a root end filling material. *J Endod.* 1993; 19(12): 591-5.
52. Tsurumachi T. Current strategy for successful periradicular surgery. *J Oral Sci.* 2013; 55(4): 267-73.
53. Massi S, Tanomaru-Filho M, Silva GF, Duarte MA, Grizzo LT, Buzalaf MA et al. pH, calcium ion release, and setting time of an experimental mineral trioxide aggregate-based root canal sealer. *J Endod.* 2011; 37(6): 844-6.
54. Nekoofar MH, Davies TE, Stone D, Basturk FB, Dummer PM. Microstructure and chemical analysis of blood-contaminated mineral trioxide aggregate. *Int Endod J.* 2011; 44(11): 1011-8.
55. Santos AD, Moraes JC, Araujo EB, Yukimitu K, Valerio Filho WV. Physico-chemical properties of MTA and a novel experimental cement. *Int Endod J.* 2005; 38(7): 443-7.
56. Jacobovitz M, Vianna ME, Pandolfelli VC, Oliveira IR, Rossetto HL, Gomes BP. Root canal filling with cements based on mineral aggregates: an in vitro analysis of bacterial microleakage. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod.* 2009; 108(1): 140-4.
57. Tanomaru-Filho M, Luis MR, Leonardo MR, Tanomaru JM, Silva LA. Evaluation of periapical repair following retrograde filling with different root-end filling materials in dog teeth with periapical lesions. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod.* 2006; 102(1): 127-32.
58. Vazquez-Garcia F, Tanomaru-Filho M, Chavez-Andrade GM, Bosso-Martelo R, Basso-Bernardi MI, Guerreiro-Tanomaru JM. Effect of silver nanoparticles on physicochemical and antibacterial properties of calcium silicate cements. *Braz Dent J.* 2016; 27(5): 508-14.
59. Flores-Ledesma A, Barcelo Santana F, Bucio L, Arenas-Alatorre JA, Faraji M, Wintergerst AM. Bioactive materials improve some physical properties of a MTA-like cement. *Mater Sci Eng C Mater Biol Appl.* 2017; 71(2017): 150-5.
60. Laurent P, Camps J, About I. Biodentine(TM) induces TGF-beta1 release from human pulp cells and early dental pulp mineralization. *Int Endod J.* 2012; 45(5): 439-48.
61. Laurent P, Camps J, De Meo M, Dejou J, About I. Induction of specific cell responses to a Ca(3)SiO(5)-based posterior restorative material. *Dent Mater.* 2008; 24(11): 1486-94.
62. Zanini M, Sautier JM, Berdal A, Simon S. Biodentine induces immortalized murine pulp cell differentiation into odontoblast-like cells and stimulates biomineralization. *J Endod.* 2012; 38(9): 1220-6.

63. Raskin A, Eschrich G, Dejou J, About I. In vitro microleakage of Biodentine as a dentin substitute compared to Fuji II LC in cervical lining restorations. *J Adhes Dent.* 2012; 14(6): 535-42.
64. Koubi S, Elmerini H, Koubi G, Tassery H, Camps J. Quantitative evaluation by glucose diffusion of microleakage in aged calcium silicate-based open-sandwich restorations. *Int J Dent.* 2012; 2012: 105863.
65. Tran XV, Gorin C, Willig C, Baroukh B, Pellat B, Decup F et al. Effect of a calcium-silicate-based restorative cement on pulp repair. *J Dent Res.* 2012; 91(12): 1166-71.
66. Koubi G, Colon P, Franquin JC, Hartmann A, Richard G, Faure MO et al. Clinical evaluation of the performance and safety of a new dentine substitute, Biodentine, in the restoration of posterior teeth - a prospective study. *Clin Oral Investig.* 2013; 17(1): 243-9.
67. Butt N, Talwar S, Chaudhry S, Nawal RR, Yadav S, Bali A. Comparison of physical and mechanical properties of mineral trioxide aggregate and Biodentine. *Indian J Dent Res.* 2014; 25(6): 692-7.
68. Kaup M, Schafer E, Dammaschke T. An in vitro study of different material properties of Biodentine compared to ProRoot MTA. *Head Face Med.* 2015; 11(16): 1-8.
69. Al Fouzan K, Awadh M, Badwelan M, Gamal A, Geevarghese A, Babhair S et al. Marginal adaptation of mineral trioxide aggregate (MTA) to root dentin surface with orthograde/retrograde application techniques: a microcomputed tomographic analysis. *J Conserv Dent.* 2015; 18(2): 109-13.
70. Sisli SN, Ozbas H. Comparative micro-computed tomographic evaluation of the sealing quality of ProRoot MTA and MTA Angelus apical plugs placed with various techniques. *J Endod.* 2017; 43(1): 147-51.
71. Keles A, Alcin H, Kamalak A, Versiani MA. Micro-CT evaluation of root filling quality in oval-shaped canals. *Int Endod J.* 2014; 47(12): 1177-84.
72. Araujo VL, Souza-Gabriel AE, Cruz Filho AM, Pecora JD, Silva RG. Volume of sealer in the apical region of teeth filled by different techniques: a micro-CT analysis. *Braz Oral Res.* 2016; 30(1): e27.
73. Baser Can ED, Keles A, Aslan B. Micro-CT evaluation of the quality of root fillings when using three root filling systems. *Int Endod J.* 2017; 50(5): 499-505.
74. 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.
75. Silva EJ, Perez R, Valentim RM, Belladonna FG, De-Deus GA, Lima IC et al. Dissolution, dislocation and dimensional changes of endodontic sealers after a solubility challenge: a micro-CT approach. *Int Endod J.* 2017; 50(4): 407-14.

76. Marciano MA, Camilleri J, Lucateli RL, Costa RM, Matsumoto MA, Duarte MAH. Physical, chemical, and biological properties of white MTA with additions of AlF₃. *Clin Oral Investig*. 2019; 23(1): 33-41.
77. 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*. 2019; doi: 10.1111/iej.13225. Epub ahead of print.
78. Rhodes JS, Ford TR, Lynch JA, Liepins PJ, Curtis RV. Micro-computed tomography: a new tool for experimental endodontology. *Int Endod J*. 1999; 32(3): 165-70.
79. El-Ma'aita AM, Qualtrough AJ, Watts DC. A micro-computed tomography evaluation of mineral trioxide aggregate root canal fillings. *J Endod*. 2012; 38(5): 670-2.
80. Tanomaru-Filho M, Torres FFE, Bosso-Martelo R, Chavez-Andrade GM, Bonetti-Filho I, Guerreiro-Tanomaru JM. A novel model for evaluating the flow of endodontic materials using micro-computed tomography. *J Endod*. 2017; 43(5): 796-800.
81. Freire LG, Iglecias EF, Cunha RS, Dos Santos M, Gavini G. Micro-computed tomographic evaluation of hard tissue debris removal after different irrigation methods and its influence on the filling of curved canals. *J Endod*. 2015; 41(10): 1660-6.
82. Versiani MA, De-Deus G, Vera J, Souza E, Steier L, Pecora JD et al. 3D mapping of the irrigated areas of the root canal space using micro-computed tomography. *Clin Oral Investig*. 2015; 19(4): 859-66.
83. Ahmetoglu F, Keles A, Simsek N, Ocak MS, Yologlu S. Comparative evaluation of root canal preparations of maxillary first molars with self-adjusting file, reciproc single file, and revo-s rotary file: a micro-computed tomography study. *Scanning*. 2015; 37(3): 218-25.
84. Alshehri M, Alamri HM, Alshwaimi E, Kujan O. Micro-computed tomographic assessment of quality of obturation in the apical third with continuous wave vertical compaction and single match taper sized cone obturation techniques. *Scanning*. 2016; 38(4): 352-6.
85. Bernardes RA, Duarte MAH, Vivan RR, Alcalde MP, Vasconcelos BC, Bramante CM. Comparison of three retreatment techniques with ultrasonic activation in flattened canals using micro-computed tomography and scanning electron microscopy. *Int Endod J*. 2016; 49(9): 890-7.
86. De-Deus G, Marins J, Silva EJ, Souza E, Belladonna FG, Reis C et al. Accumulated hard tissue debris produced during reciprocating and rotary nickel-titanium canal preparation. *J Endod*. 2015; 41(5): 676-81.

87. Sandholzer MA, Baron K, Heimel P, Metscher BD. Volume analysis of heat-induced cracks in human molars: a preliminary study. *J Forensic Dent Sci.* 2014; 6(2): 139-44.
88. Pasqualini D, Alovisei M, Cemenasco A, Mancini L, Paolino DS, Bianchi CC et al. Micro-computed tomography evaluation of protaper next and biorace shaping outcomes in maxillary first molar curved canals. *J Endod.* 2015; 41(10): 1706-10.
89. Dawood AE, Manton DJ, Parashos P, Wong R, Palamara J, Stanton DP et al. The physical properties and ion release of CPP-ACP-modified calcium silicate-based cements. *Aust Dent J.* 2015; 60(4): 434-44.
90. Shahi S, Ghasemi N, Rahimi S, Yavari HR, Samiei M, Janani M et al. The effect of different mixing methods on the pH and solubility of Mineral Trioxide Aggregate and Calcium-Enriched Mixture. *Iran Endod J.* 2015; 10(2): 140-3.
91. Tanomaru-Filho M, Garcia AC, Bosso-Martelo R, Berbert FL, Nunes Reis JM, Guerreiro-Tanomaru JM. Influence of addition of calcium oxide on physicochemical properties of Portland cement with zirconium or niobium oxide. *J Conserv Dent.* 2015; 18(2): 105-8.
92. Abbaszadegan A, Sedigh Shams M, Jamshidi Y, Parashos P, Bagheri R. Effect of calcium chloride on physical properties of calcium-enriched mixture cement. *Aust Endod J.* 2015; 41(3): 117-21.
93. Lee BS, Wang CY, Fang YY, Hsieh KH, Lin CP. A novel urethane acrylate-based root canal sealer with improved degree of conversion, cytotoxicity, bond strengths, solubility, and dimensional stability. *J Endod.* 2011; 37(2): 246-9.
94. Lee JK, Kwak SW, Ha JH, Lee W, Kim HC. Physicochemical properties of epoxy resin-based and bioceramic-based root canal sealers. *Bioinorg Chem Appl.* 2017; 2017: 2582849.
95. Yadav HK, Yadav RK, Chandra A, Thakkar RR. The effectiveness of eucalyptus oil, orange oil, and xylene in dissolving different endodontic sealers. *J Conserv Dent.* 2016; 19(4): 332-7.
96. Wiltbank KB, Schwartz SA, Schindler WG. Effect of selected accelerants on the physical properties of mineral trioxide aggregate and Portland cement. *J Endod.* 2007; 33(10): 1235-8.
97. Chang SW. Chemical characteristics of mineral trioxide aggregate and its hydration reaction. *Restor Dent Endod.* 2012; 37(4): 188-93.
98. Marciano MA, Duarte MA, Camilleri J. Calcium silicate-based sealers: assessment of physicochemical properties, porosity and hydration. *Dent Mater.* 2016; 32(2): e30-40.
99. Wilson AD, Batchelor RF. Zinc oxide-eugenol cements: II. Study of erosion and disintegration. *J Dent Res.* 1970; 49(3): 593-8.

100. Donnermeyer D, Burklein S, Dammaschke T, Schafer E. Endodontic sealers based on calcium silicates: a systematic review. *Odontology*. 2019; 107(4): 421-36.
101. Colombo M, Poggio C, Dagna A, Meravini MV, Riva P, Trovati F et al. Biological and physico-chemical properties of new root canal sealers. *J Clin Exp Dent*. 2018; 10(2): e120-e6.
102. Poggio C, Dagna A, Ceci M, Meravini MV, Colombo M, Pietrocola G. Solubility and pH of bioceramic root canal sealers: a comparative study. *J Clin Exp Dent*. 2017; 9(10): e1189-e94.
103. Torres FFE, Guerreiro-Tanomaru JM, Bosso-Martelo R, Chavez-Andrade GM, Tanomaru Filho M. Solubility, porosity and fluid uptake of calcium silicate-based cements. *J Appl Oral Sci*. 2018; 26: e20170465.
104. Tanomaru-Filho M, Bosso R, Viapiana R, Guerreiro-Tanomaru JM. Radiopacity and flow of different endodontic sealers. *Acta Odontol Latinoam*. 2013; 26(2): 121-5.
105. Chang SW, Lee YK, Zhu Q, Shon WJ, Lee WC, Kum KY et al. Comparison of the rheological properties of four root canal sealers. *Int J Oral Sci*. 2015; 7(1): 56-61.