

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL
FACULDADE DE ODONTOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA –
NÍVEL MESTRADO
ÁREA DE CONCENTRAÇÃO: CLÍNICA
ODONTOLÓGICA/ENDODONTIA

ISADORA AMES SILVA

**EFEITO DO TEMPO DE ATIVAÇÃO
ULTRASSÔNICA NAS PROPRIEDADES FÍSICO-
QUÍMICAS DE DIFERENTES CIMENTOS
BIOCERÂMICOS**

Porto Alegre 2022

ISADORA AMES SILVA

**EFEITO DO TEMPO DE ATIVAÇÃO
ULTRASSÔNICA NAS PROPRIEDADES FÍSICO-
QUÍMICAS DE DIFERENTES CIMENTOS
BIOCERÂMICOS**

Dissertação de nível Mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia da Universidade Federal do Rio Grande do Sul, como pré-requisito final para a obtenção do título de Mestre em Clínica Odontológica – com ênfase em Endodontia.

Linha de Pesquisa: Biomateriais e Técnicas Terapêuticas em Odontologia

Orientador: Prof. Dr. Ricardo Abreu da Rosa

Porto Alegre 2022

AGRADECIMENTOS

Acima de tudo, agradecer aos meus pais, pela força, motivação e apoio em todas as áreas da minha vida, mas principalmente em relação a minha formação. Sempre acreditaram nos meus passos docentes antes mesmo de mim. Me incentivaram e me incentivam diariamente a me desafiar e estar sempre em evolução. São meus exemplos como pessoas, desde criança, e meus maiores exemplos como profissionais.

Ao Matheus, meu namorado, pelo companheirismo e paciência nesse período. Agradeço por diariamente me estimular e me fazer confiar na minha capacidade. Por estar comigo frente aos inúmeros desafios e mudanças que existiram nesses dois anos. Por ser acolhimento nos dias difíceis e também vibrar com as minhas conquistas como se fossem suas.

Ao meu orientador, Prof. Dr. Ricardo Abreu da Rosa, por me acolher na Universidade Federal do Rio Grande do Sul e me apresentar o mundo da pesquisa e da docência. Por toda dedicação e por todos os ensinamentos dispensados a mim nesse período. Por se tornar um grande amigo e inspiração tanto na área acadêmica quanto clínica.

À equipe de professores de endodontia da UFRGS, especialmente ao Prof. Dr. Marcus Só, pelos ensinamentos e acolhimento na Faculdade.

Aos meus colegas e amigos, Roberta Mendes, Gabriel Só, Theodoro Weissheimer, Daniel Marconi e Wesley Krabbe por todo auxílio nos projetos e também pelo companheirismo nesse período.

À todos responsáveis pelo LAMAD, especialmente ao Prof. Dr. Fabrício Collares e ao Prof. Dr. Vicente Leitune. Obrigada por permitirem que grande parte dos testes experimentais do estudo fossem realizados no laboratório, pela disponibilidade e auxílio.

À Prof. Dra. Lina Hashizume pelo acolhimento no LABIM, pela dedicação e disponibilidade em me ensinar e auxiliar na realização de parte dos testes experimentais.

Agradeço ao Programa de Pós-Graduação da Faculdade de Odontologia da UFRGS por disponibilizar auxílio financeiro para aquisição dos cimentos testados e custeio desta pesquisa.

Aos meus professores e colegas da especialização no CEOM e ao meu amigo José Carlos Dornellas que sempre me estimularam a continuar estudando, sair da minha zona de conforto e embarcar nesse mundo fantástico da docência.

Por fim, a todos que fizeram parte de mais essa conquista, meu imenso agradecimento.

SUMÁRIO

| | |
|------------------------------|----|
| 1. APRESENTAÇÃO..... | 8 |
| 2. INTRODUÇÃO..... | 9 |
| 3. OBJETIVOS..... | 11 |
| 4. ARTIGO CIENTÍFICO..... | 13 |
| 5. CONSIDERAÇÕES FINAIS..... | 32 |
| 6. CONCLUSÃO..... | 35 |
| 7. REFERÊNCIAS..... | 36 |
| ANEXO 1..... | 45 |

RESUMO

Este estudo avaliou a influência da agitação ultrassônica por dez e vinte segundos nas propriedades físico-químicas dos cimentos Bio-C Sealer, BioRoot e Sealer Plus BC. Foram formados três grupos experimentais: sem agitação (NA), com agitação ultrassônica por 10 segundos e com agitação ultrassônica por 20 segundos. Os cimentos foram manipulados de acordo com as instruções dos fabricantes e inseridos em uma seringa de 3 mL adaptada para receber 1 mL a fim de realizar a agitação ultrassônica com inserto ultrassônico 20/01. Os moldes para as análises físico-químicas foram preenchidos e foram realizados os testes de tempo de presa inicial e final, escoamento, radiopacidade e solubilidade, avaliados de acordo com a especificação ANSI/ADA nº. 57. Também foram realizados testes para avaliação de pH e liberação de íons cálcio com períodos experimentais de 1, 24, 72 e 168 horas com pHmetro e espectrofotômetro colorimétrico, respectivamente. Os dados foram analisados por análise de variância, testes Student-T e Tukey. O tempo de agitação ultrassônica aumentou progressivamente o tempo de presa inicial para todos os cimentos biocerâmicos. Vinte segundos de agitação ultrassônica aumentaram os valores médios de escoamento para Sealer Plus BC, Bio-C Sealer em comparação com nenhuma ativação. A agitação ultrassônica não influenciou a radiopacidade e solubilidade dos cimentos testados. Agitação ultrassônica por 20 segundos aumentou o pH do Sealer Plus BC e Bio-C Sealer em 168h e aumentou a liberação de íons cálcio para Sealer Plus BC e Bio-C Sealer em 168h. Podemos concluir que a agitação ultrassônica por vinte segundos interfere em algumas propriedades físico-químicas dos cimentos à base de silicato de cálcio.

Palavras-chave: cimento biocerâmico, cimento endodôntico, cimento a base de silicato de cálcio, ultrassom, propriedades físico químicas.

ABSTRACT

This study evaluated the influence of ultrasonic agitation for ten and twenty seconds on the physicochemical properties of Bio-C Sealer, BioRoot and Sealer Plus BC sealers. Three experimental groups were formed: without agitation (NA), ultrasonic agitation for 10 seconds (UA10S) and ultrasonic agitation for 20 seconds (UA20S). The sealers were manipulated according to the manufacturers instructions and inserted into a 3 mL syringe adapted to receive 1 mL in order to perform the ultrasonic agitation with an ultrasonic insert 20/.01. The molds for the physicochemical analyzes were filled and the tests of initial and final setting time, flow, radiopacity and solubility were performed, evaluated according to ANSI/ADA specification n°. 57. Tests were also performed to evaluate pH and calcium ion release with experimental periods of 1, 24, 72 and 168 hours with pHmeter and colorimetric spectrophotometer, respectively. Data were analyzed by analysis of variance, Student-T and Tukey tests. The ultrasonic agitation time progressively increased the initial setting time for all bioceramic sealers. Twenty seconds of ultrasonic agitation increased mean flow values for Sealer Plus BC and Bio-C Sealer compared to no activation. Ultrasonic agitation did not influence the radiopacity and solubility of the tested sealers. Ultrasonic agitation for 20 seconds increased the pH of Sealer Plus BC and Bio-C Sealer at 168h and increased calcium ion release for Sealer Plus BC and Bio-C Sealer at 168h. We can conclude that ultrasonic agitation for twenty seconds interferes with some physicochemical properties of calcium silicate-based sealers.

Keywords: bioceramic sealer, endodontic sealer, calcium silicate-based sealer, ultrasound, physicochemical properties of endodontic sealer

1. APRESENTAÇÃO

Essa dissertação, em nível mestrado, contém como estrutura principal um artigo científico, por esse motivo, a dissertação se encontra de acordo com as normas estabelecidas pela revista *Journal of Endodontics*.

A realização desse estudo foi aprovada pelo Comissão de Pesquisa da Faculdade de Odontologia da Universidade Federal do Rio Grande do Sul (COMPESQ) (ANEXO 1).

2. INTRODUÇÃO

Os princípios da terapia endodôntica já são consolidados na literatura há quase cem anos (HALL et al., 1928) e estão diretamente relacionados ao selamento adequado do sistema de canais radiculares (SCR) após o preparo químico-mecânico (BASMADJIAN-CHARLES, FARGE, BOURGEOIS et al., 2002; PENG et al., 2007). A obturação tridimensional é determinante para a obtenção do sucesso endodôntico (CHEN, 2017) e objetiva proporcionar o selamento do sistema de canais, sepultar os microrganismos remanescentes e promover o reparo dos tecidos periapicais (BUCKLEY, SPANGBERG, 1995; TORABINEJAD, PITT FORD, 1996; ORSTAVIK, 2005).

A obturação dos canais radiculares é realizada a partir de um material sólido, representado pela guta percha em formato de cones, associada a materiais plásticos, os cimentos endodônticos. A guta percha, de forma isolada, não tem a capacidade de adesão às paredes dentinárias e não é capaz de promover um selamento tridimensional (BALGUERIE et al., 2011). Os cimentos endodônticos devem preencher as complexidades anatômicas do SCR, como irregularidades, ramificações e istmos, promovendo uma melhor adaptação às paredes do canal radicular através de suas interações físicas e químicas (BALGUERIE et al; 2011; HARAGUSHIKU et al; 2012; KIM et al., 2016).

O cimento endodôntico ideal deve apresentar algumas propriedades físicas, químicas e biológicas como adequado tempo de trabalho, boa capacidade de selamento, estabilidade dimensional, insolubilidade aos fluidos periapicais, radiopacidade que permita sua diferenciação das estruturas dentárias, adequado escoamento, adesão as paredes do canal e biocompatibilidade (GROSSMAN, 1958). Os cimentos endodônticos estão classificados em cimentos a base de óxido de zinco e eugenol, resinosos (resina epóxi ou de salicilato), ionômero de vidro, silicone, cimentos que contém hidróxido de cálcio, cimentos que contém MTA e cimentos à base de silicato de cálcio (biocerâmicos) (LOPES, SIQUEIRA, 2015).

Os cimentos à base de silicato de cálcio, também conhecidos como biocerâmicos, consistem em uma tecnologia recente utilizada na área médica e odontológica (AL-HADDAD, CHE AB AZIZ, 2016) e se destacam por apresentarem semelhança biológica com a hidroxiapatita, o que confere excelente biocompatibilidade (JITARU et al., 2016). Além de serem biocompatíveis e bioativos (ALVES SILVA et al., 2020, HOSHINO et al., 2020), os cimentos endodônticos biocerâmicos possuem características hidrofílicas, que utiliza da umidade intracanal para sua presa final (GANDOLFI et al. 2013, PRATI, GANDOLFI, 2015),

têm atividade antibacteriana e são radiopacos (CANDEIRO et al., 2012).

Entre os cimentos a base de silicato de cálcio se encontram Bio-C Sealer (Angelus Produtos Odontológicos, Londrina, PR, Brasil), BioRoot (Septodont, Saint-Maur-des-Fosses, França) e Sealer Plus BC (MK Life, Porto Alegre, RS, Brasil). Bio-C Sealer e Sealer Plus BC são comercializados em embalagem pronta para o uso, e possuem em comum características físico-químicas como tempo de presa, pH, escoamento e radiopacidade de acordo com os padrões exigidos, porém solubilidade elevada de acordo com a ISO 6876:2012 (MENDES et al., 2018; ZORDAN-BRONZEL et al., 2019). São considerados biocompatíveis e possuem potencial bioativo (ALVES SILVA et al., 2020).

BioRoot é um cimento a base de silicato tricálcico que possui apresentação pó e líquido. Apresenta atividade antimicrobiana (ARIAS-MOLIZ, CAMILLERI, 2016), capacidade bioativa pela liberação de íons cálcio (CAMPS et al., 2015; SIBONI et al., 2017) e adequadas propriedades como radiopacidade, tempo de presa e pH, porém alta porosidade e solubilidade (SIBONI et al., 2017).

Para promover uma obturação tridimensional e evitar gaps e bolhas, algumas tecnologias estão sendo utilizadas. Entre elas, a ativação ultrassônica dos cimentos endodônticos (GUIMARÃES et al., 2014; ALCALDE et al., 2017). Essa técnica surgiu após a irrigação ultrassônica passiva, do inglês *passive ultrasonic irrigation* (PUI), ser difundida e consolidada por melhorar a dispersão da solução irrigante no canal radicular (PLOTINO et al., 2007). A PUI é caracterizada por gerar ondas de transmissão e cavitação acústica, promovendo a ativação do irrigante no canal radicular a partir de insertos específicos para oscilação ultrassônica (SILVA et al., 2019). Permite a penetração da solução irrigante em áreas de complexidades anatômicas como istmos e irregularidades (DE GREGORIO et al., 2009) e como consequência a melhor limpeza, desinfecção e redução bacteriana pela ação química (SILVA et al., 2019; CHAN, 2019).

A ativação ultrassônica dos cimentos endodônticos tem por objetivo diminuir a formação de espaços vazios dentro dos canais, promover a penetração dos cimentos em áreas de difícil acesso e melhorar adaptação entre o cimento e as paredes do SCR (GUIMARÃES et al., 2014; 2016; JIANG et al. 2016; WIESSE et al., 2017). Guimarães et al. (2014) observaram um aumento significativo da penetração do cimento AH Plus nas paredes dentinárias e menor presença de gaps após a ativação ultrassônica durante 40 segundos. Alcalde et al. (2018) observaram o aumento da adaptação interfacial dos cimentos testados após realizar a agitação por 1 minuto em comparação aos grupos sem agitação.

Pouco se sabe sobre a influência da ativação ultrassônica nas propriedades físico-químicas dos cimentos endodônticos, além disso, o tempo necessário para a ativação dos cimentos ainda é bastante variado nos estudos. Até o momento apenas um trabalho investigou o efeito da ativação ultrassônica nas propriedades físico-químicas de um único cimento biocerâmico (LOPES et al., 2019). Lopes et al. (2019), observaram a influência da ativação ultrassônica por 20 segundos no tempo de presa, escoamento, alteração dimensional, radiopacidade e solubilidade do cimento biocerâmico Gutta Flow Bioseal.

Dada a importância biológica e técnica das propriedades dos cimentos biocerâmicos (AL-HADDAD, CHE AB AZIZ, 2016) e o aumento no uso de protocolos de ativação dos cimentos endodônticos, é importante entender como as tecnologias que podem auxiliar na obturação influenciam nas propriedades físico-químicas de diferentes cimentos biocerâmicos.

3. OBJETIVOS

3.1 Objetivo geral

Avaliar as propriedades físico-químicas de cimentos biocerâmicos (Bio-C Sealer, BioRoot e Sealer Plus BC) após diferentes tempos de ativação ultrassônica.

3.2 Objetivos específicos

- Analisar se o tempo de ativação ultrassônica influencia as propriedades físico-químicas dos cimentos biocerâmicos.
- Acompanhar o tempo de presa dos cimentos testados após os protocolos de ativação.
- Mensurar o escoamento dos cimentos testados após os protocolos de ativação.
- Avaliar a solubilidade dos cimentos testados após os protocolos de ativação.
- Verificar a radiopacidade dos cimentos testados após os protocolos de ativação.
- Acompanhar o pH e a liberação dos íons cálcio dos cimentos testados após os protocolos de ativação.

4. ARTIGO CIENTÍFICO

Este artigo está formatado de acordo com as normas do periódico *Journal of Endodontics* (Qualis A1).

Silva, I.A., Só, G.B., Mendes, A.T., Hashizume, L.N., Weissheimer, T., Só, M.V.R., da Rosa, R.A. (2022). Does the ultrasonic activation of calcium silicate-based sealers affect their physicochemical properties?

Does the ultrasonic activation of calcium silicate-based sealers affect their physicochemical properties?

Ultrasonic activation of bioceramic sealers

Isadora Ames Silva*, Gabriel Barcelos Só*, Aline Teixeira Mendes*, Lina Naomi Hashizume[†], Theodoro Weissheimer*, Marcus Vinicius Reis Só*, Ricardo Abreu da Rosa*

*. Departamento de Endodontia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, Rio Grande do Sul, Brasil;

[†]. Departamento de Odontologia Preventiva e Social, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, Rio Grande do Sul, Brasil.

Corresponding author:

Ricardo Abreu da Rosa

2492 Ramiro Barcelos Street, Porto Alegre, Brazil

55 55 99927-56-25

Email: rabreudarosa@yahoo.com.br

Does the ultrasonic activation of calcium silicate-based sealers affect their physicochemical properties?

Introduction: This study aimed to evaluate the influence of ultrasonic activation (UA) on the physicochemical properties of calcium silicate-based sealers. **Methods:** Three experimental conditions were created: no activation (NA), UA for 10 seconds, and UA for 20 seconds. Three calcium silicate-based sealers were tested (Bio-C Sealer, Sealer Plus BC, and Bio Root RCS). The sealers were handled according to the manufacturer's instructions. A 3 mL syringe was adapted to receive 1 mL of sealer. Activation was performed with an ultrasonic insert 20/.01. The mold for the physicochemical analyzes was filled and evaluated according to the ANSI/ADA specification n°. 57: initial and final setting time, flow, radiopacity and solubility. Tests were also performed to evaluate pH and calcium ion release with experimental periods of 1, 24, 72, and 168 hours with a pHmeter and colorimetric spectrophotometer. Data were analyzed by one-way analysis of variance and post-hoc Tukey tests. The significance level was set at 5%. **Results:** The time of UA progressively delayed the initial setting time for all bioceramic sealers ($P < .05$). Twenty seconds of UA increased the mean flow values of Sealer Plus BC and Bio-C Sealer compared to NA ($P < .05$). UA did not influence the radiopacity and solubility of the tested sealers ($P > .05$). UA for 20 seconds enhanced the pH levels and the calcium ion release of Sealer Plus BC, and Bio-C Sealer at 168h ($P < .05$). **Conclusion:** UA for twenty seconds interferes with some physicochemical properties of calcium silicate-based sealers.

Keywords: Bioceramic sealer, endodontic sealer, calcium silicate based sealer, ultrasonics, physicochemical properties of sealers.

INTRODUCTION

The principles of endodontic therapy have been consolidated in the literature for almost a hundred years (1) and are related to the proper sealing of the root canal system (RCS) after chemical-mechanical preparation (2, 3). The three-dimensional filling is essential for endodontic success and aims to provide the sealing of the canal system, bury the remaining microorganisms, and promote the repair of periapical tissues (4). Endodontic sealers must penetrate the anatomical complexities of the RCS, such as irregularities, ramifications, isthmus, and dentinal tubules, promoting a better adaptation to the root canal walls through their physical and chemical interactions (5, 6, 7).

Calcium silicate-based sealers, also known as bioceramic, consist of a recent class of materials used in the medical and dental area (8) and stand out for their biological similarity to hydroxyapatite, which confers excellent biocompatibility (9). In addition, to being biocompatible and bioactive (10), bioceramic endodontic sealers have hydrophilic characteristics, which use intracanal moisture for their final setting (11, 12), have antibacterial activity, and are radiopaque (13, 14). The main drawback of these sealers is their high solubility (8).

Bio-C Sealer (Angelus Produtos Odontológicos, Londrina PR, Brazil), BioRoot (Septodont, Saint-Maur-des-Fosses, France) and Sealer Plus BC (MK Life, Porto Alegre, RS, Brazil) are ready-to-use sealers and have similar physical-chemical characteristics such as flow, setting time, radiopacity, and pH, but higher solubility according to the required standards (15, 16, 17). They are considered biocompatible and have bioactive potential (10). BioRoot RCS is a tricalcium silicate-based sealer that has a powder and liquid presentation. It has antimicrobial activity (18), bioactive capacity by releasing calcium ions (19, 20), and adequate properties such as radiopacity, setting time, and pH, but high porosity and solubility (20).

Ultrasonic activation (UA) of the sealer aims to fill the irregularities, promote the sealer's penetration in areas of difficult access, and improve the adaptation between the sealer and the root canal walls (21, 22, 23, 24). Little is known about the influence of UA on the physicochemical properties of endodontic sealers. So far, only one study has investigated the effect of UA on the physicochemical properties of calcium silicate-based sealers (25). Finally, the time required to activate the sealers is still varied in studies (21, 23, 25). Thus, this study aimed to evaluate the influence of UA for ten and twenty seconds on the physicochemical properties of calcium silicate-based sealers.

MATERIAL AND METHODS

Three bioceramic sealers (Sealer Plus BC, Bio-C Sealer, and BioRoot) were tested (Table 1). Sealer Plus BC has a ready-to-use formulation and must be used by pressing the syringe plunger. BioRoot has a powder and liquid presentation and must be handled according to the manufacturer's instructions at the time of use. The amount of each sealer was dependent on each test. All materials were placed on an analytical balance to measure their weight. A 3 mL syringe was adapted to receive 1 mL of sealer. Activation was performed with a 20/01 ultrasonic tip (E1 – Irrisonic Tip; Helse Dental Technology, São Paulo, Brazil) with a power of 20% coupled in an ultrasonic device (P5 Newtron; Acteon Mount Laurel, USA) in the UA groups.

Setting Time

The setting time of sealers was determined by ISO 6876:2012 (15) and ASTM C266-03 (ASTM C266-03). Three specimens, measuring 10mm in diameter and 2mm in height, were produced for each sealer (n=3). Ultrasonic agitations were performed for each group, and the sealers were inserted into the matrix. Slightly moistened gauzes were placed on the samples to provide the necessary moisture. The model was based on AKSEL et al. (26) study. The samples were conditioned at a temperature of 37°C and air humidity of 95%. After thirty seconds, a 100g Gilmore needle with a 2mm active tip was placed vertically on the sample surface. This procedure was repeated every 60 seconds until the sealer surface was no longer marked, defined as the initial setting time. The evaluation of the final setting time started immediately after determining the initial setting time. A 456.5g Gilmore needle with a 1mm active tip was positioned vertically on the sealer surface (27). The same repetition interval used to determine the initial setting time was used to determine the final setting time.

Flow

Flow values were obtained from the mean values of three tests performed by each group (n=3). For the flow test, according to ISO 6876:2012, 0.5 ± 0.005 mL of sealer, previously manipulated and prepared according to each group (n=3), was placed on a glass plate measuring 40mm (height) x 40mm (width) x 5mm (thickness) using a 1mL syringe. Then, another glass plate was placed on the sealer, and a load of 100g was applied. After 10 minutes, the largest and smallest diameters of each sample was measured with a digital caliper (Digimess, São Paulo, SP, Brazil) and the mean flow value was obtained. If the difference between the two diameters was higher than 1mm, the test was performed again.

Radiopacity

Following ISO 6876: 2012 (15), three specimens were produced for each group. After handling the sealer, the samples were introduced into a matrix of 10 mm in diameter and 1 mm in height. After setting, the samples were placed on a periapical radiographic sensor next to an aluminum scale. This scale had a thickness ranging from 0.5 to 5 mm. Next, radiography was performed using a Timex 70E X-ray device (Saevo, Ribeirão Preto, SP, Brazil) with an exposure time of 0.1 s. Images were analyzed with ImageJ software (Research Services Branch, National Institutes of Mental Health, Bethesda, MD, USA). The aluminum scale's gray levels (pixel densities) and a standardized area of 1.5 mm² in the center of the samples were calculated concerning their mean values and standard deviations. The radiopacity value was determined according to the radiographic density, which was also converted into millimeters of aluminum (mm Al).

Solubility

Three specimens 10mm in diameter and 1mm in height (27) were produced for each group to determine solubility. The samples were weighed on an analytical balance (Shimadzu, Tokyo, Japan) with an accuracy of 0.001 g and then placed in Falcon tubes (Mano de mano Import, Osasco, São Paulo, Brazil) with 50 mL of distilled water. The specimens were inserted into the tubes using nylon thread, which allowed the sample to be hung and immersed in distilled water without touching the walls of the Falcon tubes during the entire experimental period. After setting, the specimens were removed from the molds, and all remaining particles were removed using a microbrush. The tubes were closed for seven days (168h) and conditioned at a temperature of 37°C and 95% air humidity. After 168 h, specimens were removed from the tubes, gently washed with distilled water, dried with absorbent paper, placed in a dehumidifier for 24 hours, and weighed again to obtain their final weights. Solubility was obtained by calculating the weight loss after immersion.

pH and Calcium Ion Release

Five specimens (n=5) of each group were produced from polyethylene tubes 10mm in length and 1mm inner diameter, and one of the ends closed (13). The tubes were filled with sealer using a 1mL syringe. After filling, each specimen was placed in a 15ml tube containing 10ml of deionized water. The samples were stored at a controlled temperature of 37°C. The specimens were removed from the flask before the pH assessment, and the solutions were

agitated for 5s. The pH evaluation was performed with a digital pH meter (Digimed DM-22, San Paulo, SP, Brazil) at 1, 24, 72, and 168h after immersion. The method control was based on reading the pH values of deionized water in which no sample was immersed. The calcium ion release was assessed after 1, 24, 72, and 168 hours. Calcium levels were obtained with a colorimetric method using Arsenazo III (28).

Statistical Analysis

The Shapiro-Wilk test was performed to evaluate the distribution of the data. The one-way analysis of variance (ANOVA) and Tukey test was used with the significance level at 5%.

RESULTS

Tables 2, 3, and 4 summarize the results of the physicochemical properties of the endodontic sealers assessed with and without UA.

Setting Time

The time of UA progressively delayed the initial setting time for all the bioceramic sealers ($P < .05$). Twenty seconds of UA delayed the final setting time for all the sealers tested compared with no activation ($P < .05$), but ten seconds only did for Sealer Plus BC ($P > .05$). Sealer Plus BC showed the lowest and the highest initial setting time with NA and after 20 seconds of UA, respectively ($P < .05$). BioRoot showed the lowest final setting time in each experimental condition (i.e., no activation, 10 seconds, and 20 seconds) ($P < .05$).

Flow

Twenty seconds of UA increased the mean values of flow for Sealer Plus BC and Bio-C Sealer compared with no activation ($P < .05$). Ten seconds of UA did not impact the flow rate of the sealers ($P > .05$). The flow rate of BioRoot was higher than Sealer Plus BC with NA ($P > .05$). After ten seconds of UA, Sealer Plus BC showed the lowest flow rate ($P < .05$). Bio-C Sealer showed the highest flow after twenty seconds of activation ($P < .05$).

Radiopacity

The UA did not influence the radiopacity of the sealers ($P > .05$). Bio-C Sealer, BioRoot, and Sealer Plus BC sealers had similar radiopacity ($P > .05$).

Solubility

UA did not affect the solubility of the sealers ($P > .05$). The calcium silicate-based sealers showed similar solubility ($P > .05$).

pH and Calcium Ion Release

The pH increased from 1 hour to 24 hours for all sealers and times of UA ($P < .05$), except for Sealer Plus BC NA and 20 seconds ($P > .05$). From 24h to 72h, the pH increased for BioRoot 20 seconds and for Sealer Plus BC NA and 20 seconds ($P < .05$). Finally, from 72h to 168h, the pH increased for Bio-C Sealer 10 and 20 seconds of UA and Sealer Plus BC 20 seconds ($P < .05$). UA for 20 seconds improved the pH levels and the calcium ion release of Bio-C Sealer and Sealer Plus BC in 168h ($P < .05$). BioRoot had the highest pH in all evaluation periods, except with no UA in 1 hour and 20 seconds of UA in 168h ($P < .05$). BioRoot showed higher calcium ions release than Bio-C Sealer and Sealer Plus BC in all evaluation periods regardless the UA ($P < .05$).

DISCUSSION

New techniques and technologies are constantly being used to increase the success rate of endodontic treatment. The UA of endodontic sealers has been investigated in the last years (21, 23). The UA of the irrigant increases the dispersion of the irrigating solution in the root canal system, improving cleaning, disinfection, and bacterial reduction (29, 30, 31). So, the activation of the endodontic sealers has been proposed with the same goals (i.e., to push the sealer toward the canal irregularities). However, it is still unclear whether these transmission waves cause changes in the physicochemical properties, especially bioceramic sealers. So, this study aimed to evaluate if UA would influence the physicochemical properties of calcium silicate-based sealers.

Setting time is considered the time required for endodontic sealers to achieve their definitive properties (32). It is related to sealer compounds, particle size, room temperature, and relative humidity (33). It must be long enough to allow the insertion of the sealer into the root canals and the performance of the obturator technique (32). However, a very long setting time can be a disadvantage, as most endodontic sealers have some degree of toxicity until their final setting (8). In addition, it can lead to apical leakage after endodontic treatment, leading to contamination by microorganisms through a sealer that has not yet been set (34). The present study used 100g and 456.3g Gilmore needles (15) to determine the initial and final setting times, respectively.

Bioceramic sealers such as Bio-C and Sealer Plus BC have water-free thickeners, which allows them to be marketed as a ready-to-use, pre-mixed paste, and the final setting of these sealers depends on moisture (35). Its components react with the water coming from the dentinal tubules since the manufacturers' recommendation is to dry the canals with paper cones without excessively drying them. However, the humidity inside the dentinal tubules is very variable (36, 37), directly influencing the setting time and the setting itself of bioceramic sealers sold in ready-to-use packaging (35). Few moistures can prevent the sealer from reaching its final setting, and excess moisture can affect the microhardness of the sealer after it sets (35). Slightly moistened gauzes were placed over the samples to provide Sealer Plus BC and Bio-C Sealer with the necessary moisture. This model was based on a previous study (26) which used a paper filter and had similar setting times. The time of UA progressively delayed the initial setting time for all the bioceramic sealers ($P < .05$). Also, twenty seconds of UA delayed the final setting time for all the sealers tested compared with no activation ($P < .05$). High-frequency UA promotes turbulent flow and cavitation (25, 38, 39) and causes an increase in the temperature and pressure of the system, which probably generates radicals in the organic portion of the sealers, delaying the polymerization reaction and the setting time (25). BioRoot showed the lowest final setting time with NA, 10 seconds, and 20 seconds of UA, probably because the aqueous vehicle in its composition, which accelerates the chemical reaction of sealer's setting. Ten seconds of UA did not impact the flow rate for all the sealers tested ($P > .05$). However, twenty seconds of UA increased the mean values of flow for Sealer Plus BC and Bio-C Sealer compared to no activation ($P < .05$). The UA did not alter the flow of the BioRoot sealer ($P > .05$). Probably, this result is due to the more significant heating generated in, the longer activation time (40), which increases the flow of sealers in paste-paste or ready-to-use presentations (41). In addition, different vehicles compose the bioceramic sealers tested in this study. Propylene glycol and polyethylene glycol are viscous vehicles of Sealer Plus BC and Bio-C Sealer, respectively. While BioRoot has an aqueous vehicle in its composition, which confer greater flow even without UA to this powder and liquid sealer than ready-to-use bioceramic sealers. Maybe a longer UA time could generate higher flow values for this powder-liquid sealer. All sealers reached the standards determined by ISO 6876:2012, which determines a flow rate of at least 20mm (15). Bio-C Sealer showed the highest flow after twenty seconds of UA ($P < .05$), probably because it presents the smallest particle size among the tested sealers.

Endodontic sealers must have adequate radiopacity to be distinguishable from adjacent anatomical structures (8, 42) and to allow visualization of the quality of root canal filling. UA did not influence the radiopacity of the sealers ($P > .05$). According to ISO standards (15), an

endodontic sealer must have a radiopacity equivalent to 3 mm of the aluminum scale. All sealers were within the required standards.

Solubility is related to the weight loss of the material when immersed in water (32). According to ISO standards, the solubility of endodontic sealers must be less than 3%. Sealers must remain within established standards to avoid voids capable of allowing the infiltration of microorganisms and reinfection (43, 44). The high solubility of bioceramic sealers occurs because of hydrophilic nanometric particles, which increase the surface area and allow more liquid molecules to meet the sealer (8). Bio-C Sealer has 2 μm particles, Sealer Plus BC 3 to 6 μm particles, BioRoot 2 to 10 μm . The high solubility of these sealers is still one of the significant disadvantages of bioceramics.

The pH assessment is essential because it is related to the alkalization promoted by each sealer over time (45). Alkaline pH enhances antibacterial activity, which may have remained viable after mechanical chemical preparation and induce or maintain periapical disease (46, 47). Furthermore, it can increase the sealers' osteogenic potential and biocompatibility and increase mineralized components' deposition (48). The pH values and calcium ion release are closely related to the solubility of sealers (49). The high solubility of bioceramic sealers is considered a disadvantage; however, its bioactive potential through the release of calcium ions is a consequence of this solubility even after the final setting (43).

This study showed that bioceramic sealers had high values of pH and calcium ion release, which increased or remained stable over time. After UA for 20 seconds, Sealer Plus BC and Bio-C Sealer showed an increase in pH levels and calcium ion release in 168h ($P < .05$). The vehicle's viscous nature can delay the improvement of pH and calcium ion release (i.e., 168h) once only the UA for twenty seconds promoted an improvement on the ions release. Maybe, it would be interesting to incorporate the UA of bioceramic sealers with viscous vehicles for 20 seconds to increase the pH and calcium ions release. This approach could promote better alkalization of the medium with some impact on the disinfection process after root canal filling. The BioRoot, powder and liquid sealer, was not influenced by the UA ($P > .05$), but it presented higher pH values and calcium ion release values since the first experimental times, when compared to other bioceramic sealers ($P < .05$). These results were also found in the study by Retana-Lobo et al. (50), probably because ionic diffusion is more significant in water, and this is a sealer that presents an aqueous vehicle.

CONCLUSION

UA for twenty seconds interferes with some physicochemical properties of calcium silicate-based sealers. Twenty seconds of UA improved the flow, pH, and calcium ion release of ready-to-use sealers (i.e., Sealer Plus BC and Bio-C Sealer). The initial and final setting time of bioceramic sealers was progressively delayed as long as the UA.

LIST OF TABLES

Table 1. Chemical compositions of the sealers

| Bio-C Sealer | Sealer Plus BC | BioRoot RCS | |
|---------------------|-----------------------|---------------------|------------------|
| | | Powder | Liquid |
| Calcium Silicates | Calcium silicate | Tricalcium silicate | Water |
| Calcium aluminate | Zirconium oxide | Zirconium oxide | Calcium chloride |
| Calcium oxide | Tri-calcium silicate | Povidone | Polycarboxylate |
| Zirconium oxide | Propylene Glycol | - | - |
| Iron oxide | Calcium hydroxide | - | - |
| Silicon dioxide | - | - | - |
| Polyethylene Glycol | - | - | - |

Table 2. Means and standard deviations of flow (mm), initial and final setting times (minutes), radiopacity (mm/Al) and solubility (g).

| Sealers | UA | Initial Setting Time | Final Setting Time | Flow | Radiopacity | Solubility |
|-----------------------|--------|---------------------------------|----------------------------------|---------------------------------|-------------------------------|------------------------------------|
| Bio-C Sealer | NA | 80 \pm 1.11 ^{Ca} | 188.61 \pm 8.11 ^{Ba} | 37.21 \pm 0.14 ^{Bab} | 5.33 \pm 0.25 ^{Aa} | -0.0338 \pm 0.0019 ^{Aa} |
| | 10 sec | 85.66 \pm 1.01 ^{Bb} | 190.66 \pm 8.02 ^{Ba} | 39.22 \pm 0.08 ^{Ba} | 5.17 \pm 0.43 ^{Aa} | -0.0341 \pm 0.0014 ^{Aa} |
| | 20 sec | 95.66 \pm 1.17 ^{Ab} | 195.82 \pm 13.01 ^{Aa} | 43.07 \pm 0.13 ^{Aa} | 5.04 \pm 0.52 ^{Aa} | -0.0358 \pm 0.0051 ^{Aa} |
| Sealer Plus BC | NA | 62.33 \pm 1.10 ^{Cb} | 168.33 \pm 8.50 ^{Cb} | 35.86 \pm 0.11 ^{Bb} | 5.11 \pm 0.06 ^{Aa} | -0.0386 \pm 0.0021 ^{Aa} |
| | 10 sec | 91 \pm 1.12 ^{Ba} | 185 \pm 6.76 ^{Ba} | 35.03 \pm 0.09 ^{Bb} | 5.07 \pm 1.10 ^{Aa} | -0.0384 \pm 0.0019 ^{Aa} |
| | 20 sec | 148.66 \pm 1.19 ^{Aa} | 196.66 \pm 11.17 ^{Aa} | 39.07 \pm .12 ^{Ab} | 4.99 \pm 0.7 ^{Aa} | -0.0398 \pm 0.0018 ^{Aa} |
| BioRoot | NA | 94 \pm 1.18 ^{Ca} | 125.32 \pm 8.43 ^{Bc} | 38.37 \pm 0.16 ^{Aa} | 5.05 \pm 0.47 ^{Aa} | -0.0433 \pm 0.0027 ^{Aa} |
| | 10 sec | 97 \pm 1.01 ^{Ba} | 127.91 \pm 7.85 ^{Bb} | 39.01 \pm 0.11 ^{Aa} | 5.02 \pm 0.22 ^{Aa} | -0.0415 \pm 0.0022 ^{Aa} |
| | 20 sec | 109 \pm 1.05 ^{Ab} | 132.33 \pm .44 ^{Ab} | 38.34 \pm 0.09 ^{Ab} | 5.01 \pm 0.66 ^{Aa} | -0.0421 \pm 0.0075 ^{Aa} |

Different capital letters denote a significant difference according to the UA of each sealer (P > .05)

Different lowercase letters denote a significant difference between the sealers for each activation time (P > .05)

NA = no activation

UA = ultrasonic activation

Table 3 – Means and standard deviation of pH after different times of ultrasonic activation of the sealers along the evaluation period.

| Sealers | UA | 1 hour | 24 hours | 72 hours | 168 hours |
|-----------------------|--------|---------------------------|----------------------------|----------------------------|---------------------------|
| Bio-C Sealer | NA | 9.11±0.56 ^{Ba*} | 10.79±0.16 ^{Aa†} | 11.05±0.09 ^{Aa*} | 11.15±0.04 ^{Ab†} |
| | 10 sec | 9.60±0.15 ^{Ca*} | 10.94±0.05 ^{Ba†} | 10.95±0.09 ^{Bab*} | 11.16±0.10 ^{Ab†} |
| | 20 sec | 9.45±0.88 ^{Ca*} | 10.64±0.41 ^{Ba*} | 10.82±0.18 ^{Bb*} | 11.36±0.06 ^{Aa*} |
| Sealer Plus BC | NA | 9.97±0.45 ^{Ba†} | 10.41±0.16 ^{Bb*} | 10.96±0.24 ^{Aa*} | 10.99±0.15 ^{Ab*} |
| | 10 sec | 10.10±0.12 ^{Ba†} | 10.78±0.05 ^{Aa*} | 10.92±0.02 ^{Aa*} | 10.78±0.34 ^{Ab*} |
| | 20 sec | 10.36±0.21 ^{Ca†} | 10.55±0.15 ^{Cb*} | 10.85±0.02 ^{Ba*} | 11.69±0.15 ^{Aa†} |
| BioRoot | NA | 9.31±0.21 ^{Bb*} | 11.35±0.04 ^{Aab§} | 11.53±0.21 ^{Aa†} | 11.49±0.01 ^{Aa§} |
| | 10 sec | 10.36±0.15 ^{Ba†} | 11.55±0.14 ^{Aa§} | 11.63±0.11 ^{Aa†} | 11.61±0.11 ^{Aa§} |
| | 20 sec | 10.14±0.37 ^{Ca†} | 11.18±0.06 ^{Bb†} | 11.56±0.01 ^{Aa†} | 11.57±0.26 ^{Aa*} |

Capital letters compare the pH values in the line.

Lowercase letters compare the effect of UA for each endodontic sealer. ($\alpha = 5\%$).

*, †, § denote a significant difference between the sealers for each activation time ($P > .05$).

NA = no activation UA = ultrasonic activation

Table 4 - Means and standard deviation of calcium ions release after different times of ultrasonic activation of the sealers along the evaluation period.

| Sealers | UA | 1 hour | 24 hours | 72 hours | 168 hours |
|-----------------------|--------|-----------------------------|------------------------------|-------------------------------|------------------------------|
| Bio-C Sealer | NA | 53.67±5.70 ^{Ba*} | 418.51±205.1 ^{Aa*} | 580.76±69.26 ^{Aa†} | 550.62±52.85 ^{Ab†} |
| | 10 sec | 59.86±6.10 ^{Ca*} | 459.96±96.27 ^{Aba*} | 399.29±69.11 ^{Bb*} | 584.45±124.0 ^{Ab†} |
| | 20 sec | 61.23±6.55 ^{Da*} | 424.69±82.24 ^{Ba*} | 282.83±99.17 ^{Cb*} | 725.51±56.59 ^{Aa*} |
| BioRoot | NA | 453.22±66.65 ^{Bb†} | 1002.99±14.44 ^{Ab†} | 1027.53±38.42 ^{Aab§} | 1025.35±41.72 ^{Aa§} |
| | 10 sec | 725.52±57.13 ^{Ba§} | 1034.63±23.74 ^{Aa†} | 1050.71±10.03 ^{Aa†} | 1040.83±47.35 ^{Aa§} |
| | 20 sec | 758.92±93.00 ^{Ba§} | 1039.80±10.51 ^{Aa†} | 1011.86±8.66 ^{Ab§} | 1052.34±85.06 ^{Aa§} |
| Sealer Plus BC | NA | 387.92±96.99 ^{Aa†} | 257.46±84.60 ^{Bb*} | 413.37±76.57 ^{Aa*} | 434.76±37.51 ^{Ab*} |
| | 10 sec | 278.53±68.70 ^{Ba†} | 427.96±51.23 ^{Aa*} | 437.62±15.43 ^{Aa*} | 408.65±76.87 ^{Ab*} |
| | 20 sec | 342.05±59.60 ^{Ca†} | 361.47±30.57 ^{Ca*} | 425.77±12.05 ^{Ba†} | 918.61±23.28 ^{Aa†} |

Capital letters compare the Ca ions release in the line.

Lowercase letters compare the effect of UA for each endodontic sealer. ($\alpha = 5\%$).

*, †, § denote a significant difference between the sealers for each activation time ($P > .05$).

NA = no activation UA = ultrasonic activation

REFERENCES

1. Hall EM. Pulpless teeth. *The Dental Cosmos* 1928; 145-50.
2. Basradjian-Charles CL, Farge P, Bourgeois DM, et al. Factors influencing the long-term results of endodontic treatment: a review of the literature. *Int Dent J* 2002;52(2):81-6.
3. Peng L, Ye L, Tan H, et al. Outcome of root canal obturation by warm gutta-percha versus cold lateral condensation: a meta-analysis. *J Endod* 2007;33(2):106-09.
4. Chen Z. Difficulties and misunderstandings of root canal filling. *West China Journal of Stomatology* 2017;35(3): 232-38.
5. Balguerie E, van der Sluis L, Vallaeys K, et al. Sealer penetration and adaptation in the dentinal tubules: a scanning electron microscopic study. *J Endod* 2011;37(11):1576-79.
6. Haragushiku GA, Teixeira CS, Furuse AY, et al. Analysis of the interface and bond strength of resin-based endodontic cements to root dentin. *Microsc Res Tech* 2012; 75: 655-61.
7. Kim S, Jung H, Kim S, et al. The influence of an isthmus on the outcomes of surgically treated molars: a retrospective study. *J Endod* 2016; 42: 1029-34.
8. Resende LM, Rached-Junior FJ, Versiani MA et al. A comparative study of physicochemical properties of AH Plus, Epiphany, and Epiphany SE root canal sealers. *Int Endod J* 2009; 42: 785-93.
9. Kayaoglu G, Erten H, Alaçam T, et al. Short-term antibacterial activity of root canal sealers towards *Enterococcus faecalis*. *Int Endod J* 2005 Jul;38(7):483-8.
10. Candeiro GT, Correia FC, Duarte MA, et al. Evaluation of radiopacity, pH, release of calcium ions, and flow of a bioceramic root canal sealer. *J Endod* 2012; 38(6):842-5.
11. Carvalho CN, Grazziotin-Soares R, Candeiro GTM, et al. Micro Push-out bond strength and bioactivity analysis of a bioceramic root canal sealer. *Iran Endod J* 2017;12(3):343-8.
12. Neff T, Layman D, Jeansonne BG. In vitro cytotoxicity evaluation of endodontic sealers exposed to heat before assay. *J Endod* 2002;28(12):811-4.
13. Leonardo MR, da Silva LA, Almeida WA, et al. Tissue response to an epoxy resin-based root canal sealer. *Endod Dent Traumatol* 1999;15(1):28-32.
14. Al-Haddad A, Che Ab Aziz ZA. Bioceramic-Based Root Canal Sealers: A Review. *Int J Biomater* 2016;9753210.
15. Jitaru S, Hodisan I, Timis L, et al. The use of bioceramics in endodontics - literature review. *Clujul Med* 2016;89(4):470-73.
16. Alves Silva EC, Tanomaru-Filho M, da Silva GF, et al. Biocompatibility and

Bioactive Potential of New Calcium Silicate-based Endodontic Sealers: Bio-C Sealer and Sealer Plus BC. *J Endod* 2020;46(10):1470-77.

17. Gandolfi MG, Taddei P, Modena E, et al. Biointeractivity-related versus chemi/physisorption-related apatite precursor-forming ability of current root end filling materials. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 2013;101(7):1107-23.

18. Prati C, Gandolfi MG. Calcium silicate bioactive cements: Biological perspectives and clinical applications. *Dent Mater* 2015;31(4):351-70.

19. Chisnoiu R, Moldovan M, Chisnoiu A, et al. Comparative apical sealing evaluation of two bioceramic endodontic sealers. *Med Pharm Rep* 2019;92:S55-S60.

20. Al-Haddad A, Che Ab Aziz ZA. Bioceramic-Based Root Canal Sealers: A Review. *Int J Biomater* 2016;2016:9753210.

21. International Organization for Standardization. International Standard ISO 6876:2012: Dental root canal sealing materials. Geneva: International Organization for Standardization; 2012.

22. Zordan-Bronzel CL, Esteves Torres FF, Tanomaru-Filho M, et al. Evaluation of Physicochemical Properties of a New Calcium Silicate-based Sealer, Bio-C Sealer. *J Endod* 2019 Oct;45(10):1248-52.

23. Mendes AT, Silva PBD, S6 BB, et al. Evaluation of Physicochemical Properties of New Calcium Silicate-Based Sealer. *Braz Dent J* 2018;29(6):536-40.

24. Arias-Moliz MT, Camilleri J. The effect of the final irrigant on the antimicrobial activity of root canal sealers. *J Dent* 2016;52:30-6.

25. Camps J, Jeanneau C, El Ayachi I, et al. Bioactivity of a Calcium Silicate-based Endodontic Cement (BioRoot RCS): Interactions with Human Periodontal Ligament Cells In Vitro. *J Endod* 2015 Sep;41(9):1469-73.

26. 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:e120-e136.

27. Guimarães BM, Amoroso-Silva PA, Alcalde MP, et al. Influence of ultrasonic activation of 4 root canal sealers on the filling quality. *J Endod* 2014 Jul;40(7):964-8.

28. Jiang S, Zou T, Li D, et al. Effectiveness of sonic, ultrasonic, and photon-induced photoacoustic streaming activation of NaOCl on filling material removal following retreatment in oval canal anatomy. *Photomed Laser Surg* 2016;34(1):3-10.

29. Alcalde MP, Bramante CM, Vivan RR, et al. Intradental antimicrobial action and filling quality promoted by ultrasonic agitation of epoxy resin-based sealer in endodontic obturation. *J Appl Oral Sci* 2017;25(6):641-49.

30. Wiese PEB, Silva-Sousa YT, Pereira RD, et al. Effect of ultrasonic and sonic activation of root canal sealers on the push-out bond strength and interfacial adaptation to root canal dentine. *Int Endod J* 2018 Jan;51(1):102-11.

31. Lopes FC, Zangirolami C, Mazzi-Chaves JF, et al. Effect of sonic and ultrasonic activation on physicochemical properties of root canal sealers. *J Appl Oral Sci.* 2019;27:e20180556.
32. Aksel H, Makowka S, Bosaid F, et al. Effect of heat application on the physical properties and chemical structure of calcium silicate-based sealers. *Clin Oral Investig* 2021;25(5):2717-25.
33. Duarte MA, Kadre GD, Vivian RR, et al. Radiopacity of Portland cement associated with different radiopacifying agents. *J Endod* 2009;35:737-40.
34. Vogel GL, Chow LC, Brown WE. A microanalytical procedure for the determination of calcium, phosphate and fluoride in enamel biopsy samples. *Caries Res* 1983;17:23-31.
35. Plotino G, Pameijer CH, Grande NM, et al. Ultrasonics in endodontics: a review of the literature. *J Endod* 2007 Feb;33(2):81-95.
36. Silva EJNL, Carvalho CR, Belladonna FG, et al. Micro-CT evaluation of different final irrigation protocols on the removal of hard-tissue debris from isthmus-containing mesial root of mandibular molars. *Clin Oral Investig* 2019; 23: 681-87.
37. Chan R, Versiani MA, Friedman S, et al. Efficacy of 3 supplementary irrigation protocols in the removal of hard tissue debris from the mesial root canal system of mandibular molars. *J Endod* 2019; 45: 923-29.
38. Zeltner M, Peters OA, Paqué F. Temperature changes during ultrasonic irrigation with different inserts and modes of activation. *J Endod* 2009;35(4):573-77.
39. Camilleri J. Sealers and warm gutta-percha obturation techniques. *J Endod* 2015;41(1):72-8.
40. Versiani MA, Abi Rached-Junior FJ, Kishen A, et al. Zinc Oxide Nanoparticles Enhance Physicochemical Characteristics of Grossman Sealer. *J Endod* 2016;42(12):1804-10.
41. Orstavik D. Materials used for root canal obturation: technical, biological and clinical testing. *Endod Topics* 2005;12:25–38.
42. Barrieshi KM, Walton RE, Johnson WT, et al. Coronal leakage of mixed anaerobic bacteria after obturation and post space preparation. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod* 1997;84(3):310-14.
43. Kim K, Kim DV, Kim SY, et al. A micro-computed tomographic study of remaining filling materials of two bioceramic sealers and epoxy resin sealer after retreatment. *Restor Dent Endod* 2019;44(2):e18.
44. Loushine BA, Bryan TE, Looney SW, et al. Setting properties and cytotoxicity evaluation of a premixed bioceramic root canal sealer. *J Endod* 2011;37(5):673-77.
45. Hosoya N, Nomura M, Yoshikubo A, et al. Effect of canal drying methods on the apical seal. *J Endod* 2000;26:292–4.

46. Paqué F, Luder HU, Sener B, et al. Tubular sclerosis rather than the smear layer impedes dye penetration into the dentine of endodontically instrumented root canals. *Int Endod J* 2006;39:18–25.
47. van der Sluis LW, Wu MK, Wesselink PR. A comparison between a smooth wire and a K-file in removing artificially placed dentine debris from root canals in resin blocks during ultrasonic irrigation. *Int Endod J* 2005;38(9):593-96.
48. Wiseman A, Cox TC, Paranjpe A, et al. Efficacy of sonic and ultrasonic activation for removal of calcium hydroxide from mesial canals of mandibular molars: a microtomographic study. *J Endod* 2011;37(2):235-38.
49. Guerreiro-Tanomaru JM, Duarte MA, Gonçalves M, Tanomaru-Filho M. Radiopacity evaluation of root canal sealers containing calcium hydroxide and MTA. *Braz Oral Res* 2009;23(2):119-23.
50. Khalil I, Naaman A, Camilleri J. Properties of tricalcium silicate sealers. *J Endod* 2016; 42:1529–35.
51. Flores DS, Rached FJ Jr, Versiani MA, Guedes DF, Sousa-Neto MD, Pécora JD. Evaluation of physicochemical properties of four root canal sealers. *Int Endod J* 2011;44(2):126-35.
52. Silva EJNL, Cardoso ML, Rodrigues JP, De-Deus G, Fidalgo TKDS. Solubility of bioceramic- and epoxy resin-based root canal sealers: A systematic review and meta-analysis. *Aust Endod J* 2021;47(3):690-702.
53. 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.
54. Borges RP, Sousa-Neto MD, Versiani MA, et al. Changes in the surface of four calcium silicate-containing endodontic materials and an epoxy resin-based sealer after a solubility test. *Int Endod J* 2012;45(5):419-28.
55. Donnermeyer D, Bürklein S, Dammaschke T, et al. Endodontic sealers based on calcium silicates: a systematic review. *Odontology* 2019;107(4):421-36.
56. Vivan RR, Zapata RO, Zeferino MA, et al. Evaluation of the physical and chemical properties of two commercial and three experimental root-end filling materials. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod* 2010;110(2):250-56.
57. Kharouf N, Arntz Y, Eid A, et al. Physicochemical and Antibacterial Properties of Novel, Premixed Calcium Silicate-Based Sealer Compared to Powder-Liquid Bioceramic Sealer. *J Clin Med* 2020;9(10):3096.
58. McHugh CP, Zhang P, Michalek S, et al. pH required to kill *Enterococcus faecalis* in vitro. *J Endod* 2004;30(4):218-9.
59. Stuart CH, Schwartz SA, Beeson TJ, Owatz CB. *Enterococcus faecalis*: its role in root canal treatment failure and current concepts in retreatment. *J Endod* 2006;32(2):93-8.

60. Giacomino CM, Wealleans JA, Kuhn N, et al. Comparative Biocompatibility and Osteogenic Potential of Two Bioceramic Sealers. *J Endod* 2019;45(1):51-56.
61. Holland R, Souza V, Mérita Delgado RT, et al. Agregado de Trióxido Mineral (MTA): Composição, mecanismo de ação, comportamento biológico e emprego clínico. *Rev Cien Odontol* 2002;5(5):7-21.
62. Retana-Lobo C, Tanomaru-Filho M, Guerreiro-Tanomaru JM, Benavides-García M, Hernández-Meza E, Reyes-Carmona J. Push-Out Bond Strength, Characterization, and Ion Release of Premixed and Powder-Liquid Bioceramic Sealers with or without Gutta-Percha. *Scanning* 2021;2021:6617930

5. CONSIDERAÇÕES FINAIS

O sucesso do tratamento endodôntico se deve realização adequada de todas as etapas clínicas (CHEN, 2017). Desde a anestesia, abordagem, exploração e instrumentação dos canais, irrigação, obturação e reabilitação. A cada dia surgem novas tecnologias destinadas a melhorar a qualidade dos tratamentos, facilitar o dia a dia do operador e tornar o tratamento endodôntico uma experiência mais agradável para o paciente. Entre essas tecnologias, se encontra o ultrassom. É caracterizado por gerar ondas de transmissão e cavitação acústica, através de insertos específicos para oscilação ultrassônica (SILVA et al., 2019). Entre outras funções, o ultrassom é amplamente utilizado para realizar a PUI, técnica amplamente estudada e comprovada para melhorar os níveis de desinfecção do SCR através da agitação ultrassônica da solução irrigadora (SILVA et al., 2019, CHAN, 2019, ARSLAN et al., 2016).

Após a técnica de agitação da solução irrigadora estar consolidada como uma excelente opção para reduzir a carga microbiana (CROZETA et al., 2020), começou-se a introduzir insertos ultrassônicos para realizar a ativação dos cimentos endodônticos. Essa manobra tem como objetivo fazer com que o cimento penetre nas complexidades anatômicas dos canais radiculares, como irregularidades, istmos e canais acessórios, a fim de promover um melhor selamento com a redução de gaps e espaços vazios (GUIMARÃES BM et al., 2014; JIANG S et al., 2016; ALCALDE MP et al., 2017; WIESSE et al., 2018). Alcalde e colaboradores, em 2017, observaram que a ativação ultrassônica do cimento AH Plus promoveu uma melhor qualidade da obturação do canal radicular e aumento a penetração intratubular do cimento, principalmente na região de istmo. Além disso, também houve o aumento da ação antimicrobiana contra *Enterococcus faecalis* em comparação ao grupo sem ativação. De Bem et al. (2020) obtiveram resultados semelhantes, avaliando cimentos a base de resina e silicato de cálcio. A ativação ultrassônica aumentou a penetração intratubular e a resistência de união dos cimentos à dentina radicular.

Apesar da literatura apresentar excelentes resultados da ativação ultrassônica em relação à melhora na qualidade da obturação, ação antimicrobiana e resistência de união com a dentina (ALCALDE et al., 2017; DE BEM et al., 2020; DA SILVA MACHADO et al., 2021), os cimentos endodônticos podem sofrer alterações nas suas propriedades físico-químicas após passar pela oscilação ultrassônica. Lopes et al. (2019) investigaram o efeito da agitação sônica e ultrassônica em relação a tempo de presa, escoamento, alteração dimensional, solubilidade e radiopacidade dos cimentos AH Plus, MTA Fillapex, ADSeal, GuttaFlow Bioseal e Gutta Flow

2. Tanto a agitação sônica quanto a ultrassônica promoveram alteração nas propriedades avaliadas, principalmente para tempo de presa e escoamento. Ainda é muito limitada a quantidade de informação disponível sobre a possível influência da ativação ultrassônica sobre as propriedades físico-químicas de cimentos endodônticos para aplicar essa técnica com segurança no dia a dia clínico.

Além disso, existe uma vasta gama de cimentos endodônticos disponíveis no mercado, com diferentes composições e propriedades. Os cimentos a base de resina epóxi são considerados padrão ouro mundialmente devido às suas propriedades físico-químicas (RESENDE et al., 2009). Mais recentemente, foram lançados cimentos a base de silicato de cálcio, também chamados de biocerâmicos, com a proposta de conferir excelente biocompatibilidade e bioatividade. Suas propriedades permitem melhorar a adesão do cimento à dentina radicular (CANDEIRO et al., 2012). Estudos recentes demonstram que esses cimentos possuem boas características físico-químicas, porém solubilidade elevada (MENDES et al., 2018).

O presente estudo teve como intuito unir algumas tecnologias atuais para obturação radicular e entender as possíveis correlações entre elas. Portanto, o objetivo foi avaliar o efeito do tempo de ativação ultrassônica dos cimentos biocerâmicos nas suas propriedades físico-químicas. Foram utilizados os cimentos biocerâmicos Bio-C Sealer, BioRoot e Sealer Plus BC sem agitação, agitação por 10 segundos e agitação por 20 segundos. As propriedades de tempo de presa, escoamento, radiopacidade, solubilidade, pH e liberação de íons cálcio foram avaliadas.

A metodologia utilizada para o tempo de presa foi baseada nos padrões ISO 6876:2012 e a ASTM C266-03 (ASTM C266-03), que determina as dimensões das amostras e os tempos de avaliação com as agulhas de Gilmore até a determinação dos tempos de presa inicial e final. Porém, os cimentos biocerâmicos possuem como particularidade a necessidade de umidade para da início à sua reação de presa (LOUSHINE et al., 2011). Os fabricantes especificam que a umidade presente nos túbulos dentinários é suficiente para a presa final dos cimentos. Para realização dos testes experimentais, foram necessários alguns testes pilotos até que a metodologia se adequasse aos tempos de presa recomendados pelas bulas dos fabricantes. A metodologia utilizada foi baseada em Aksel et al. (2021), que utilizou filtro de papel umedecido sobre as amostras para fornecer umidade. Neste estudo foi utilizado gaze umedecida e os resultados encontrados foram semelhantes.

O tempo de presa é considerado o tempo necessário para que os cimentos endodônticos

atingam suas propriedades definitivas e está relacionado a composição do cimento, tamanho de partícula, temperatura ambiente e umidade relativa (ORSTAVIK et al., 2005). Os cimentos biocerâmicos como Bio-C Sealer e Sealer Plus BC são comercializados como uma pasta pré-misturada pronta para uso, e por isso possuem espessantes isentos de água, dependendo da umidade presente nos túbulos dentinários para a presa final (HOSOYA et al., 2000; PAQUÉ et al., 2006, LOUSHINE et al., 2011). No entanto, a umidade que permanece no interior dos túbulos dentinários é muito variável, influenciando diretamente no tempo de presa e na própria presa dos cimentos biocerâmicos vendidos em embalagens prontas para uso. Pouca umidade pode impedir que o cimento atinja sua presa final e o excesso de umidade pode afetar a microdureza do cimento após sua presa (LOUSHINE et al., 2011). O tempo de ativação ultrassônica aumentou progressivamente o tempo de presa inicial para todos os cimentos biocerâmicos. Além disso, 20 segundos de ativação ultrassônica atrasou o tempo final de presa para todos os cimentos testados em comparação com nenhuma ativação. Isso se deve ao aumento da temperatura, cavitação e oscilação promovidos pelas ondas ultrassônicas, retardando a reação de presa (LOPES et al., 2019).

Em relação ao escoamento, a ativação ultrassônica por 10 segundos não teve influência sobre nenhum dos cimentos testados. Em contrapartida, 20 segundos de ativação ultrassônica aumentou os valores de escoamento para Sealer Plus e Bio-C Sealer. Todos esses cimentos têm apresentação pasta-pasta ou prontos para uso, com veículo viscoso, o que provavelmente sofreu influência do aquecimento gerado com a ativação ultrassônica. Ao contrário de BioRoot, que possui um veículo aquoso em sua composição, e mesmo sem ativação ultrassônica apresentou valores maiores de escoamento do que os demais cimentos testados.

A radiopacidade de todos os cimentos testados estava de acordo com os padrões ISO. A agitação ultrassônica não teve influência na radiopacidade em nenhum dos cimentos testados no estudo.

A principal desvantagem dos cimentos biocerâmicos se deve à solubilidade. De acordo com as normas ISO, a solubilidade dos cimentos endodônticos deve ser inferior a 3%. Os resultados desse estudo mostraram que nenhum dos cimentos biocerâmicos atendeu as normas exigidas, o que também foi encontrado em estudos anteriores para essa categoria de cimentos (FLORES et al., 2011; MENDES et al., 2018; SILVA et al., 2021). A alta solubilidade dos cimentos biocerâmicos ocorre devido à presença de partículas nanométricas hidrofílicas (AL-HADDAD et al., 2016), as quais aumentam a área superficial e permitem que mais moléculas líquidas encontrem o cimento. Bio-C Sealer tem partículas de 2 µm, Sealer Plus BC 3 a 6 µm

partículas, BioRoot 2 a 10 μm .

Os valores de pH e liberação de íons cálcio estão intimamente relacionados com a solubilidade dos cimentos (HOLLAND et al., 2002). A alta solubilidade dos cimentos biocerâmicos é considerada uma desvantagem; entretanto, seu potencial bioativo por meio da liberação de íons cálcio é consequência dessa solubilidade mesmo após a presa final (DONNERMEYER et al., 2019). Os cimentos biocerâmicos apresentaram valores elevados de pH e liberação de íons cálcio, que aumentaram ou permaneceram estáveis ao longo do tempo. Os maiores valores de pH para os cimentos biocerâmicos foram observados após 168h. Os resultados concordam com outros estudos, nos quais os valores de pH aumentaram ao longo do tempo (DUARTE et al., 2009; CANDEIRO et al., 2012; KHAROUF et al., 2020). Talvez seja interessante incorporar a agitação ultrassônica de cimentos biocerâmicos com veículos viscosos por 20 segundos para aumentar o pH e a liberação de íons cálcio. Esta abordagem poderia promover uma melhor alcalinização do meio com algum impacto no processo de desinfecção após a obturação do canal radicular. O cimento em pó e líquido BioRoot não foi influenciado pela ativação ultrassônica, mas apresentou valores de pH e liberação de íons cálcio mais elevados desde os primeiros tempos experimentais. Esses resultados também foram encontrados no estudo de Retana-Lobo et al. (2021), provavelmente porque a difusão iônica é maior em água, e BioRoot possui em sua composição um veículo aquoso.

A metodologia utilizada para realizar os testes de pH e liberação de íons cálcio apresenta algumas limitações. Quando o cimento é inserido em tubos de polietileno e imediatamente colocado em tubos contendo água destilada, o cimento fica propenso a uma alta solubilização que pode, no futuro, interferir nos resultados obtidos. Neste estudo, observamos que principalmente o cimento BioRoot gerou uma “lama” de cimento que ficou aderido às paredes do tubo. Isso também pode explicar os altos valores de liberação de íons cálcio para BioRoot quando comparado a outros cimentos biocerâmicos (Bio-C Sealer e Sealer Plus BC).

6. CONCLUSÃO

A agitação ultrassônica por vinte segundos promoveu alterações nas propriedades

físico-químicas dos cimentos à base de silicato de cálcio, com exceção da solubilidade e da radiopacidade. Vinte segundos de ativação ultrassônica melhoraram o escoamento, o pH e a liberação de íons cálcio de cimentos prontos para uso (Sealer Plus BC e Bio-C Sealer). O tempo de presa inicial e final das biocerâmicos foi progressivamente aumentado quanto mais longo foi o período de ativação ultrassônica. Maiores valores de escoamento, pH e liberação de íons cálcio são considerados positivos no sentido de melhorar o preenchimento tridimensional e aumentar as propriedades bioativas.

7. REFERÊNCIAS

ALCALDE, M. P., BRAMANTE, C. M., VIVAN, R. R., AMORSO-SILVA, P. A., ANDRADE, F. B., DUARTE, M. Intradental antimicrobial action and filling quality

promoted by ultrasonic agitation of epoxy resin-based sealer in endodontic obturation. **Journal of applied oral science**, v. 25, p. 641 - 649. 2017.

AL-HADDAD, A., CHE AB AZIZ, Z. A. Bioceramic-Based Root Canal Sealers: A Review. **International Journal of Biomaterials**, 9753210. 2016.

ALVES SILVA, E. C., TANOMARU-FILHO, M., DA SILVA, G. F., DELFINO, M. M., CERRI, P. S., GUERREIRO-TANOMARU, J. M. Biocompatibility and Bioactive Potential of New Calcium Silicate-based Endodontic Sealers: Bio-C Sealer and Sealer Plus BC. **Journal of Endodontics**, v. 46, p. 1470 - 1477. 2020.

ARIAS-MOLIZ, M. T., CAMILLERI, J. The effect of the final irrigant on the antimicrobial activity of root canal sealers. **Journal of Dentistry**, v. 52, p. 30 - 36. 2016.

BALGUERIE, E., VAN DER SLUIS, L., VALLAEYS, K., GURGEL-GEORGELIN, M., DIEMER, F. Sealer penetration and adaptation in the dentinal tubules: a scanning electron microscopic study. **Journal of Endodontics**, v. 37, p. 1576 - 1579. 2011.

BASMADJIAN-CHARLES, C. L., FARGE, P., BOURGEOIS, D. M., LEBRUN, T. Factors influencing the long-term results of endodontic treatment: a review of the literature. **International Dental Journal**, v. 52, p. 81 - 86. 2002.

BUCKLEY, M., SPANGBERG, L. S. The prevalence and technical quality of endodontic treatment in an American subpopulation. **Oral Surgery, Oral Medicine, Oral Pathology, Oral Radiology, and Endodontics**, v. 79, p. 92 - 100. 1995.

CAMPS, J., JEANNEAU, C., EL AYACHI, I., LAURENT, P., ABOUT, I. Bioactivity of a Calcium Silicate-based Endodontic Cement (BioRoot RCS): Interactions with Human Periodontal Ligament Cells In Vitro. **Journal of Endodontics**, v. 41, p. 1469–1473. 2015.

CANDEIRO, G. T., CORREIA, F. C., DUARTE, M. A., RIBEIRO-SIQUEIRA, D. C., GAVINI, G. Evaluation of radiopacity, pH, release of calcium ions, and flow of a bioceramic root canal sealer. **Journal of Endodontics**, v. 38, p. 842–845. 2012.

CARVALHO, C. N., GRAZZIOTIN-SOARES, R., DE MIRANDA CANDEIRO, G. T., GALLEGO MARTINEZ, L., DE SOUZA, J. P., SANTOS OLIVEIRA, P., BAUER, J., GAVINI, G. Micro Push-out Bond Strength and Bioactivity Analysis of a Bioceramic Root Canal Sealer. **Iranian Endodontic Journal**, v. 12, p. 343 -348. 2017.

CHEN Z. Difficulties and misunderstandings of root canal filling. **West China Journal of Stomatology**, v. 35, p. 232 - 238. 2017.

DE BEM, I. A., DE OLIVEIRA, R. A., WEISSHEIMER, T., BIER, C. A. S., SÓ, M. V. R., ROSA, R. A. D. Effect of Ultrasonic Activation of Endodontic Sealers on Intratubular Penetration and Bond Strength to Root Dentin. **Journal of Endodontics**, v. 46, p. 1302 - 1308. 2020.

DE GREGORIO, C., ESTEVEZ, R., CISNEROS, R., HEILBORN, C., COHENCA, N. Effect of EDTA, sonic, and ultrasonic activation on the penetration of sodium hypochlorite into simulated lateral canals: an in vitro study. **Journal of Endodontics**, v. 35, p. 891 - 895.

2009.

GANDOLFI, M. G., TADDEI, P., MODENA, E., SIBONI, F., PRATI, C. Biointeractivity-related versus chemi/physisorption-related apatite precursor-forming ability of current root end filling materials. **Journal of Biomedical Materials Research**, v. 101, p. 1107 - 1123. 2013.

GROSSMAN, L. I. An improved root canal cement. **Journal of the American Dental Association**, v. 56, p. 381-385. 1958.

GUIMARÃES, B. M., AMOROSO-SILVA, P. A., ALCALDE, M. P., MARCIANO, M. A., DE ANDRADE, F. B., DUARTE, M. A. Influence of ultrasonic activation of 4 root canal sealers on the filling quality. **Journal of Endodontics**, v. 40, p. 964–968. 2014.

Hall E. M.. Pulpless teeth. **The Dental Cosmo** **IXX**, p. 145-150. 1928.

HARAGUSHIKU, G. A., TEIXEIRA, C. S., FURUSE, A. Y., SOUSA, Y. T., DE SOUSA NETO, M. D., SILVA, R. G. Analysis of the interface and bond strength of resin-based endodontic cements to root dentin. **Microscopy Research and Technique**, v. 75, p. 655–661. 2012.

HOSHINO, R. A., DELFINO, M. M., DA SILVA, G. F., GUERREIRO-TANOMARU, J. M., TANOMARU-FILHO, M., SASSO-CERRI, E., CERRI, P. S. Biocompatibility and bioactive potential of the NeoMTA Plus endodontic bioceramic-based sealer. **Restorative Dentistry & Endodontics**, v. 46, p. e4. 2020.

JITARU, S., HODISAN, I., TIMIS, L., LUCIAN, A., BUD, M. The use of bioceramics in endodontics - literature review. **Clujul Medical**, v. 89, p. 470 - 473. 2016.

KAYAOGU, G., ERTEN, H., ALAÇAM, T., ØRSTAVIK, D. Short-term antibacterial activity of root canal sealers towards *Enterococcus faecalis*. **International Endodontic Journal**, v. 38, p. 483 - 488. 2005.

KIM, S., JUNG, H., KIM, S., SHIN, S. J., KIM, E. The Influence of an Isthmus on the Outcomes of Surgically Treated Molars: A Retrospective Study. **Journal of Endodontics**, v. 42, p. 1029–1034. 2016.

LEONARDO, M. R., DA SILVA, L. A., ALMEIDA, W. A., UTRILLA, L. S. Tissue response to an epoxy resin-based root canal sealer. **Endodontics & Dental Rraumatology**, v. 15, p. 28–32. 1999.

LOPES, F. C., ZANGIROLAMI, C., MAZZI-CHAVES, J. F., SILVA-SOUSA, A. C., CROZETA, B. M., SILVA-SOUSA, Y., SOUSA-NETO, M. D. Effect of sonic and ultrasonic activation on physicochemical properties of root canal sealers. **Journal of applied oral science**, v. 27, e20180556. 2019.

LOPES, H. P., SIQUEIRA JR., J. F. Endodontia. Biologia e técnica. 4^a ed. **Rio de Janeiro: Elsevier**. 2015.

NEFF, T., LAYMAN, D., & JEANSONNE, B. G. In vitro cytotoxicity evaluation of

endodontic sealers exposed to heat before assay. **Journal of Endodontics**, v. 28, p. 811–814. 2002.

ORSTAVIK D. Materials used for root canal obturation: technical, biological and clinical testing. **Endodontic Topics**, v. 12, p. 25 – 38. 2005.

PENG, L., YE, L., TAN, H., & ZHOU, X. Outcome of root canal obturation by warm gutta-percha versus cold lateral condensation: a meta-analysis. **Journal of Endodontics**, v. 33, p. 106–109. 2007.

PLOTINO, G., PAMEIJER, C. H., GRANDE, N. M., SOMMA, F. Ultrasonics in endodontics: a review of the literature. **Journal of Endodontics**, v. 33, p. 81 - 95. 2007.

PRATI, C., GANDOLFI, M. G. Calcium silicate bioactive cements: Biological perspectives and clinical applications. **Dental Materials**, v.31, p. 351 - 370. 2015.

RESENDE, L. M., RACHED-JUNIOR, F. J., VERSIANI, M. A., SOUZA-GABRIEL, A. E., MIRANDA, C. E., SILVA-SOUSA, Y. T., SOUSA NETO, M. D. A comparative study of physicochemical properties of AH Plus, Epiphany, and Epiphany SE root canal sealers. **International Endodontic Journal**, v. 42, p. 785 - 793. 2009.

SIBONI, F., TADDEI, P., ZAMPARINI, F., PRATI, C., GANDOLFI, M. G. Properties of BioRoot RCS, a tricalcium silicate endodontic sealer modified with povidone and polycarboxylate. **International Endodontic Journal**, v. 50, p. e120 - e136. 2017.

SILVA, E., CARVALHO, C. R., BELLADONNA, F. G., PRADO, M. C., LOPES, R. T., DE-DEUS, G., MOREIRA, E. Micro-CT evaluation of different final irrigation protocols on the removal of hard-tissue debris from isthmus-containing mesial root of mandibular molars. **Clinical Oral Investigations**, v. 23, p. 681 - 687. 2019.

TORABINEJAD, M., PITT FORD, T. R. Root end filling materials: a review. **Endodontics & Dental Traumatology**, v. 12, p. 161 - 178. 1996.

ZORDAN-BRONZEL, C. L., ESTEVES TORRES, F. F., TANOMARU-FILHO, M., CHÁVEZ-ANDRADE, G. M., BOSSO-MARTELO, R., GUERREIRO-TANOMARU, J. M. Evaluation of Physicochemical Properties of a New Calcium Silicate-based Sealer, Bio-C Sealer. **Journal of Endodontics**, v. 45, p. 1248 - 1252. 2019.

GARCIA-GODOY, F.; MURRAY, P. E. Recomendações para o uso de procedimentos endodônticos regenerativos em dentes permanentes traumatizados imaturos. **Dental Traumatology**, v. 28, p. 33 – 41. 2012.

GOEL, S.; TEWARI, S. Smear layer removal with passive ultrasonic irrigation and the NaviTip FX: a scanning electron microscopic study. **Oral surgery, oral medicine, oral pathology, oral radiology and endodontics**, v. 108, p. 465 – 470. 2009.

GRUNDLING, G. L; ZECHIN, J. G.; JARDIM, W. M.; DE OLIVEIRA, S. D.; FIGUEIREDO, J. A. P. Effect of ultrasonics on *Enterococcus faecalis* biofilm in a bovine tooth model. **Journal of Endodontics**, v. 37, p. 1128 – 1133. 2011.

GU, L. S.; KIM, J. R.; LING, J.; CHOI, K. K.; PASHLEY, D. H.; TAY, F. R. Review of Contemporary Irrigant Agitation Techniques and Devices. **Journal of endodontics**. v. 35, p. 791 - 804. 2009.

HAAPASALO, M., SHEN, Y., QIAN, W., GAO, Y. Irrigation in endodontics. **Brazilian Dental Journal**. v. 216, p. 299 – 303. 2014.

HAAPASALO, M.; SHEN, Y.; QIAN, W.; GAO, Y. Irrigation in endodontics. **Dental Clinics of North America**, v. 54, p. 291 - 312. 2010.

HECOVA, H.; TZIGKOUNAKIS, V.; MERGLOVA, V.; NETOLICKY, J. Um estudo retrospectivo de 889 dentes permanentes feridos. **Dental Traumatology**, v. 26, p. 466 – 475. 2010.

JENSEN, S. A. et al. Comparison of the cleaning efficacy of passive sonic activation and passive ultrasonic activation after hand instrumentation in molar root canals. **Journal of Endodontics**, v. 25, p. 735 - 738. 1999.

JUSTO, A. M.; DA ROSA, R. A.; SANTINI, M. F.; FERREIRA, M. B. C.; PEREIRA, J. R.; DUARTE, M. A. H.; SÓ, M. V. R. Effectiveness of final irrigant protocols for debris removal from simulated canal irregularities. **Journal of Endodontics**, v. 40, p. 2009 - 2014. 2014.

KAKOLI, P.; NANDAKUMAR, R.; ROMBERG, E.; DWAYNE, A.; FOUAD, A. F. The Effect of Age on Bacterial Penetration of Radicular Dentin. **Journal of Endodontics**, v. 35, p. 78 - 81. 2009.

KATO, A. S.; CUNHA, R. S.; BUENO, C. E. S.; PELEGRINE, R. A.; FONTANA, C. E.; SIGRIST, DE MARTIN, A. S. Investigation of the Efficacy of Passive Ultrasonic Irrigation Versus Irrigation with Reciprocating Activation: Na Environmental Scanning Electron Microscopic Study. **Journal of Endodontics**, v. 42, p. 659 – 663. 2016.

KHEDMAT, S.; SHOKOUHINEJAD, N. Comparison of the efficacy of three chelating agents in smear layer removal. **Journal of Endodontics**, v. 34, p. 599 - 602. 2008.

LUI, J-N.; KUAH, H-G.; CHEN, N-N. Effect of EDTA with and without Surfactants or Ultrasonics on Removal of Smear Layer. **Journal of Endodontics**, v. 33, p. 472 - 475. 2007. MADER, C. L.; BAUMGARTNER, J. C.; PETERS, D. D. Scanning electron microscopic investigation of the smeared layer on root canal walls. **Journal of Endodontics**, v. 10, p. 477 - 483. 1984.

MANCINI, M., ARMELLIN, E., CASAGLIA, A., CERRONI, L., CIANCONI, L. A comparative study of smear layer removal and erosion in apical intraradicular dentine with three irrigating solutions: a scanning electron microscopy evaluation. **Journal of Endodontics**, v. 35, p. 900 - 903. 2009.

MANCINI, M.; CERRONI, L.; IORIO, L.; DALL'ASTA, L.; CIANCONI, L. FESEM evaluation of smear layer removal using different irrigant activation methods (EndoActivator, EndoVac, PUI and LAI). An in vitro study. **Clinical Oral Investigations**, v. 22, p. 993 – 999. 2018.

MARCHESAN, M. A.; ARRUDA, M. P.; SILVA-SOUSA, Y. T. C.; SAQUY, P. C.; PECORA, J. D.; SOUSA-NETO, M. D. Morphometrical analysis of cleaning capacity using nickel-titanium rotary instrumentation associated with irrigating solutions in mesio-distal flattened root canals. **Journal of Applied Oral Science**, v. 11, p. 55 - 59. 2003.

MOZO, S.; LLENA, C.; FORNER, L. Review of ultrasonic irrigation in endodontics: increasing action of irrigating solutions. **Oral surgery, oral medicine, oral pathology, oral radiology and endodontics**, v. 17, p. 512-516. 2012.

MUNLEY, P. J.; GOODELL, G. G. Comparison of Passive Ultrasonic Debridement Between Fluted and Nonfluted Instruments in Root Canals. **Journal of Endodontics**, v. 33, p. 578 – 580. 2007.

NUNES, K. S.; FERON, L.; MONTAGNER, F.; DE MELO, T. A. F.; SCARSSI, K. Analysis of root canal organic tissue dissolution capacity according to the type of irrigation solution and agitation technique. **Brazilian Journal of Oral Sciences**, v. 15, p. 70 - 74. 2016.

ORSTAVIK, D.; HAAPASALO, M. Disinfection by endodontic irrigants and dressings of experimentally infected dentinal tubules. **Endodontic Dental Traumatology**, v. 6, p. 142 -149. 1990.

PALAZZI, F.; BLASI, A.; MOHAMMADI, Z.; DEL FABBRO, M.; ESTRELA, C. Penetration of sodium hypochlorite modified with surfactants into root canal dentin. **Brazilian Dental Journal**, v. 27, p. 208 - 216. 2016.

PEREIRA, T. C.; BOUTSIOUKIS, C.; DIJKSTRA, R. J. B.; PETRIDIS, X.; VERSLUIS, M.; DE ANDRADE, F. B.; VAN DE MEER, W. J.; SHARMA, P. K.; VAN DER SLUIS, L. W. M.; SO, M. V. R. Biofilm removal from a simulated isthmus and lateral canal during syringe irrigation at various flow rates: a combined experimental and Computational Fluid Dynamics approach. **International Endodontic Journal**, v. 54, p. 427 - 438. 2021.

PETERS OA, SCHÖNENBERGER K, LAIB A. Effects of four Ni-Ti preparation techniques on root canal geometry assessed by micro computed tomography. **International Endodontics Journal**, v. 34, 221 - 230. 2001.

PETTI, S.; GLENDOR, U.; ANDERSSON, L. Prevalência e incidência de lesões dentárias traumáticas no mundo, uma meta-análise - Um bilhão de pessoas vivas tiveram lesões dentais traumáticas. **Dental Traumatology**, v. 34, p. 71 – 86. 2018.

PLOTINO, G.; PAMEIJER, C. H.; GRANDE, N. M.; SOMMA, F. Ultrasonics in Endodontics: a review of the literature. **Journal of Endodontics**, v. 33, p. 81 - 95. 2007.

QIAN, W.; SHEN, Y.; HAAPASALO, M. Quantitative analysis of the effect of irrigant solution sequences on dentin erosion. **Journal of Endodontics**, v. 37, p. 1437 – 1441. 2011.

RETANA-LOBO, C., TANOMARU-FILHO, M., GUERREIRO-TANOMARU, J. M., BENAVIDES-GARCÍA, M., HERNÁNDEZ-MEZA, E., REYES-CARMONA, J. Push-Out Bond Strength, Characterization, and Ion Release of Premixed and Powder-Liquid

- Bioceramic Sealers with or without Gutta-Percha. **Scanning**, 6617930. 2021.
- RICUCCI, D.; SIQUEIRA, J. F. Biofilms and Apical Periodontitis: Study of Prevalence and Association with Clinical and Histopathologic Findings. **Journal of Endodontics**, v. 36, p.1277 - 1288. 2010.
- RIBEIRO, R. G.; MARCHESAN, M. A.; SILVA, R. G.; SOUSA-NETO, M. D.; PÉCORA J. D. Dentin Permeability of the Apical Third in Different Groups of Teeth. **Brazilian Dental Journal**, v. 21, p. 216 - 219. 2010.
- RODRIGUES, M. I. Q.; FROTA, M. M. A.; FROTA, L. M. A. Use of passive ultrasonic irrigation as an enhancement measure in disinfection of the root canal system - literature review. **Revista Brasileira de Odontologia**, v. 73, p. 320 – 324, 2016.
- ROY, R. A.; AHMAD, M.; CRUM, L. A. Physical mechanisms governing the hydrodynamic response of na oscillating ultrasonic file. **International Endodontic Journal**, v. 27, p. 197 - 207. 1994.
- SABER, S. E., HASHEM, A. A. R. Efficacy of different final irrigation activation techniques on smear layer removal. **Journal of Endodontics**, v. 37, p. 1272 - 1275. 2011.
- SCHIAVOTELO, T. C. L., COELHO, M. S., RASQUIN, L. C., ROCHA, D. G. P., FONTANA, C. E., BUENO, C. E. D. S. Ex-vivo Smear Layer Removal Efficacy of Two Activated Irrigation Techniques After Reciprocating Instrumentation in Curved Canals. **The Open Dentistry Journal**, v. 11, p. 512 – 519. 2017.
- SCHILKE, R.; BAUB, O.; LISSON, J. A.; SCHUCKAR, M.; GEURTSSEN, W. Bovine dentin as a substitute for human dentin in Shear bond Strength measurements. **American Journal of Dentistry**, v. 12, p. 92 - 96. 1999.
- SEM, B.; WESSELINK, P.; TURKUN, M. The smear layer: A phenomenon in root canal therapy. **International Endodontics Journal**, v. 28, p. 141 - 148. 1995.
- SHAHRAVAN, A.; HAGHDOOST, A.; ADL, A.; RAHIMI, H.; SHADIFAR, F. Effect of smear layer on sealing ability of canal obturation: a systematic review and meta-analysis. **Journal of Endodontics**, v. 33, p. 96 - 105. 2007.
- SILVA, E. J. N. L.; BELLADONNA, F. G.; ZUOLO, A. S.; RODRIGUES, E.; EHRHARDT, I. C.; SOUZA, E. M.; DE-DEUS, G. Effectiveness of XP-Endo Finisher and XP-Endo Finisher R in removing root filling remnants: a micro-CT study. **International Endodontics Journal**, v. 51, p. 86 – 91. 2018.
- SOLANA, C.; RUIZ-LINARES, M.; BACA, P.; VALDERRAMA, M. J.; ARIAS-MOLIZ MT, FERRER-LUQUE CM. Antibiofilm activity of sodium hypochlorite and alkaline tetrasodium EDTA solutions. **Journal of Endodontics**, v. 43, p. 2093 – 2096. 2017.
- STOCK, C. J. R. Current status of the use of ultrasound in endodontics. **International Dental Journal**, v. 41, p. 175 – 182. 1991.
- STOJICIC, S.; ZIVKOVIC, S.; QIAN, W.; ZHANG, H.; HAAPASALO. M. Tissue

dissolution by sodium hypochlorite: effect of concentration, temperature, agitation, and surfactant. **Journal of Endodontics**, v. 36, p. 1558 – 1562. 2010.

TAGAMI, J.; TAO, L.; PASHLEY, D. H.; HORNER, J. A. A permeabilidade da dentina de incisivos bovinos *in vitro*. **Archives of Oral Biology**, v. 34, p. 773 – 777. 1989.

TAVARES, W. L. F., BRITO, L. C. N., HENRIQUES, L. C. F. OLIVEIRA, R. R. MACIEL, K. F., VIEIRA, L. Q., SOBRINHO, A. P. R. The impact of chlorhexidine-based endodontic treatment on periapical cytokine expression in teeth. **International Endodontic Journal**, v. 39. 2013.

TAY, F. R.; GU, L. S.; SCHOEFFEL, G. J.; WIMMER, C.; SUSIN, L.; ZHANG, K. Et al. Effect of vapor lock on root canal debridement by using a side-vented needle for positive-pressure irrigant delivery. **Journal of Endodontics**, v. 36, p. 745 - 750. 2010.

TORABINEJAD, M., HANDYSIDES, R., KHADEMI, A. A., BAKLAND, L. K. Clinical implications of the smear layer in endodontics: a review. **Oral surgery, oral medicine, oral pathology, oral radiology and endodontics**, v. 94, p. 658 –666. 2002.

TSILINGARIDIS, G.; MALMGREN, B.; ANDREASEN, J. O.; MALMGREN, O. Luxação intrusiva de 60 incisivos permanentes: um estudo retrospectivo de tratamento e resultado. **Dental Traumatology**, v. 28, p. 416 – 422. 2012.

VAN DER SLUIS, L. W. M.; VOGELS, M. P. J. M.; VERHAAGEN, B.; MACEDO, R.; WESSELINK, P. R. Study on the Influence of Refreshment/Activation Cycles and Irrigants on Mechanical Cleaning Efficiency During Ultrasonic Activation of the Irrigant. **Journal of Endodontics**, v. 36 (4), p. 737 - 740, 2010.

VAN DER SLUIS, L. W. M.; GAMBARINI, G.; WU, M. K.; WESSELINK, P. R. The influence of volume, type of irrigant and flushing method on removing artificially placed dentine debris from the apical root canal during passive ultrasonic irrigation. **International Endodontics Journal**, v. 39, p. 472 – 476. 2006.

VAN DER SLUIS, L. W. M.; VERSLUIS, M.; WU, M. K.; WESSELINK, P. R. Passive ultrasonic irrigation of the root canal: a review of the literature. **International Endodontic Journal**, v. 40, 415 – 426, 2007.

VAN DER SLUIS, L. W. M.; VOGELS, M. P. J. M.; VERHAAGEN, B.; MACEDO, R.; WESSELINK, P. R. Study on the Influence of Refreshment/Activation Cycles and Irrigants on Mechanical Cleaning Efficiency During Ultrasonic Activation of the Irrigant. **Journal of Endodontics**, v. 36 (4), p. 737 - 740. 2010.

VIEIRA, A. R., SIQUEIRA JR, J. F., RICUCCI, D., LOPES, S. P. W. Dentinal tubule infection as the cause of recurrent disease and late endodontic treatment failure: a case report. **International Endodontic Journal**, v. 38. 2012.

VIOLICH, D. R.; CHANDLER, N. P. The smear layer in endodontics - a review. **International Endodontic Journal**, v. 43, p. 2 – 15. 2010.

VIVAN, R. R.; DUQUE, J. A.; ALCALDE, M. P.; SÓ, M. V. R.; BRAMANTE, C. M.;

DUARTE, M. A. H. Evaluation of Different Passive Ultrasonic Irrigation Protocols on the Removal of Dentinal Debris from Artificial Grooves. **Brazilian Dental Journal**, v. 27, p. 1-5. 2016.

WARD, K. H., OLSON, M. E., LAM, K., COSTERTON, J. W. Mechanism of persistent infection associated with peritoneal implants. **Journal of Medical Microbiology**, v. 36, p. 406 – 413. 1992.

WILLIAMSON, A. E.; CARDON, J. W.; DRAKE, D. R. Antimicrobial susceptibility of monoculture biofilms of a clinical isolate of *Enterococcus faecalis*. **Journal of Endodontics**. v. 35, p. 95 – 97. 2009.

WU, M. K.; WESSELINK, P. R. A primary observation on the preparation and obturation of oval canals. **International Endodontics Journal**, v. 34, p. 137 - 141. 2001.

ZEHNDER, M. Root Canal Irrigants. **Journal of Endodontics**, v. 32. 2006.

ZOU, L.; SHEN, Y.; LI, W.; HAAPASALO, M. Penetration of sodium hypochlorite into dentin. **Journal of Endodontics**, v. 36, p. 793 – 796. 2010.

ANEXO 1

| Sistema Pesquisa - Pesquisador: Ricardo Abreu Da Rosa | | | |
|--|--|--|--|
| Dados Gerais: | | | |
| Projeto Nº: | 39107 | Título: | AVALIAÇÃO DO EFEITO DA ATIVAÇÃO SONICA E ULTRASSONICA NAS PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS DE DIFERENTES CIMENTOS BIOCERÂMICOS |
| Área de conhecimento: | Endodontia | Início: | 22/07/2020 Previsão de conclusão: 29/08/2023 |
| Situação: | Projeto em Andamento | | |
| Origem: | Faculdade de Odontologia Programa de Pós-Graduação em Odontologia | Projeto da linha de pesquisa: BIOMATERIAIS E TÉCNICAS TERAPÊUTICAS EM ODONTOLOGIA | |
| Local de Realização: | não informado | | |
| Não apresenta relação com Patrimônio Genético ou Conhecimento Tradicional Associado. | | | |
| Palavras Chave: | | | |
| ATIVAÇÃO ULTRASSÔNICA CIMENTOS BICERÂMICOS PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS | | | |
| Equipe UFRGS: | | | |
| Nome: Ricardo Abreu da Rosa Coordenador - Início: 22/07/2020 Previsão de término: 29/08/2023 | | | |
| Nome: Isadora Ames Silva Outra: Aluno de Mestrado - Início: 22/07/2020 Previsão de término: 29/08/2023 | | | |
| Nome: MARCUS VINICIUS REIS SO Pesquisador - Início: 22/07/2020 Previsão de término: 29/08/2023 | | | |
| Avaliações: | | | |
| Comissão de Pesquisa de Odontologia - Aprovado em 27/04/2020 Clique aqui para visualizar o parecer | | | |
| Anexos: | | | |
| Projeto Completo | | Data de Envio: 22/04/2020 | |
| Concordância de Instituição | | Data de Envio: 22/04/2020 | |
| Relatório de Andamento | | Data de Envio: 04/08/2021 | |
| Período: 22/07/2020 a 04/08/2021 | | | |