

INFLUÊNCIA DE VIDROS BIOATIVOS UTILIZADOS COMO  
MEDICAÇÃO INTRACANAL NA MICRODUREZA E RESISTÊNCIA  
DE UNIÃO DE CIMENTOS À DENTINA RADICULAR

Letícia Gomes Dourado

São Luís  
2019

LETÍCIA GOMES DOURADO

INFLUÊNCIA DE VIDROS BIOATIVOS UTILIZADOS COMO  
MEDICAÇÃO INTRACANAL NA MICRODUREZA E RESISTÊNCIA  
DE UNIÃO DE CIMENTOS À DENTINA RADICULAR

Dissertação apresentada ao Programa  
de Pós-Graduação em Odontologia da  
Universidade CEUMA para obtenção  
do título de Mestre em Odontologia.

Área de Concentração: Odontologia  
Integrada

Orientadora: Profa. Dra. Ceci Nunes  
Carvalho

Co-orientadora: Profa. Dra. Meire  
Coelho Ferreira

SÃO LUÍS-MA

2019

Nome: Letícia Gomes Dourado

Título: Influência de vidros bioativos utilizados como medicação intracanal na microdureza e resistência de união de cimentos à dentina radicular

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia da Universidade CEUMA como requisito para obtenção do título de Mestre.

Aprovado em: \_\_\_\_/\_\_\_\_/\_\_\_\_

Banca Examinadora

Prof.Dra: Ceci Nunes Carvalho

Instituição: Universidade Ceuma

Assinatura:\_\_\_\_\_

Prof.Dr: Etevaldo Matos Maia Filho

Instituição: Universidade Ceuma

Assinatura:\_\_\_\_\_

Prof.Dr: Darlon Martins Lima

Instituição: Universidade Federal do Maranhão

Assinatura:\_\_\_\_\_

D739i Dourado, Letícia Gomes.

Influência de vidros Bioativos utilizados como medicação intracanal na microdureza e resistência de união de cimentos à dentina radicular./ Letícia Gomes Dourado. – São Luís: UNICEUMA, 2020.  
53f. ; 30 cm.

Dissertação (Mestrado) – Curso de Odontologia. Universidade CEUMA, 2020.

1. Dentina. 2. Microdureza 3. Obturação. 4. Resistência de união. 5. Push-out. 6. Nióbio vidros bioativos. 7. Medicação intracanal. I. CARVALHO, Ceci Nunes. (Orientador) III. BANDÉCA, Matheus Coelho. (Coordenador) III. Título.

CDU: 616.314

Ficha catalográfica elaborada pela Bibliotecária Marina Carvalho CRB13/823

Proibida a reprodução total ou parcial, de qualquer forma ou por qualquer meio eletrônico ou mecânico, inclusive através de processos xerográficos, sem permissão expressa do Autor. (Artigo 184 do Código Penal Brasileiro, com a nova redação dada pela Lei n.8.635, de 16-03-1993).

## AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus pelas bênçãos concedidas a mim nessa trajetória.

Aos meus pais, Pedro Sobrinho Gomes e Fátima Ramira Pereira Gomes, pois quando estava desacreditada me deram força e coragem para continuar a jornada, em momentos de angústias e fracassos estenderam a mão para que eu levantasse. Sempre foram palavras ditas por vocês, pai e mãe: “confie sempre em si mesma”. Hoje, digo com toda convicção que se não fosse pelo apoio e motivação de vocês não teria conseguido chegar tão longe. É apenas uma vitória de muitas outras que virão, mas que desejo compartilhá-la com vocês que em todos os momentos se fizeram presentes na minha vida.

Aos meus irmãos, Luciana Pereira Gomes e André Pereira Gomes, que sempre me apoiaram e serviram de exemplo para as minhas escolhas.

Ao meu esposo, Allysson Dourado, que há doze anos se faz presente na minha vida, sempre me incentivando, dando força e coragem nas minhas escolhas.

À minha orientadora, professora Dra Ceci Nunes Carvalho, por sua paciência, incentivo, dedicação, disponibilidade e conhecimento compartilhado. Àquela que nesses quase dois anos de curso sempre pude contar e que, quando mereci, me deu puxões de orelha, com seu jeito doce de ser, para que eu entendesse que precisava me esforçar mais para atingir meus objetivos. Não tenho palavras para externar tamanha gratidão. Muito obrigada.

À minha co-orientadora, professora Dra Meire Coelho Ferreira pela disponibilidade, paciência e auxílio na pesquisa.

À banca examinadora, professor Dr Rudys Rodolfo de Jesus Tavares e professor Dr Etevaldo Maia Filho, pelas construbuições dadas ao meu trabalho.

Aos professores do programa de pós-graduação da Universidade CEUMA, pelos conhecimentos compartilhados ao longo da minha jornada.

Aos amigos da Pós-Graduação: Camila, Lays, Isabel, Rossana, Luana, Ana Cláudia, Thaysa, Gustavo, Diele, Oswaldo e Samuel. Pessoas especiais que tive o prazer de conviver e que me ajudaram no decorrer do curso diante das minhas dificuldades. Que sempre me apoiaram e deram forças para continuar. A vocês meus amigos, muito obrigada, pois tornaram esses anos bem mais leves, agradáveis e divertidos.

Aos amigos em geral, porque sempre pude contar com a compreensão e amizade de vocês.

A todas as outras pessoas que não citei, mas que de alguma forma contribuíram para a finalização de mais uma etapa.

À Erymônica, pela sua disponibilidade, paciência e auxílio todas as vezes que precisei. Obrigada.

À FAPEMA (processo infra- 03015/18) por ter acreditado na relevância da pesquisa fornecendo todo auxílio financeiro necessário para que a mesma pudesse ser desenvolvida com êxito.

*“Comece fazendo o que é necessário,  
depois o que é possível, e de repente  
você estará fazendo o impossível.”*

*Francisco de Assis*

Dourado, LG. Influência de vidros bioativos utilizados como medicação intracanal na microdureza e resistência de união de cimentos à dentina radicular [dissertação]. São Luís. Universidade CEUMA; 2019.

## RESUMO

Este estudo investigou a microdureza da dentina radicular (MD) e a resistência de união (RU) dos cimentos MTA Fillapex® (Fillapex) ou AH Plus® (AH) à dentina radicular após o uso de hidróxido de cálcio [Ca(OH)<sub>2</sub>], vidros bioativos: 45S5 ou vidro experimental niobofosfato bioativo (NbG) utilizados como medicação intracanal. *Materiais e métodos:* Foram utilizadas 112 raízes palatinas de molares superiores. Para o teste de MD, as raízes foram divididas em grupos de acordo com a medicação [NbG, 45S5, Ca(OH)<sub>2</sub>]. Foi realizada análise antes da medicação (baseline/sem medicação) e após 15 dias da medicação. Para o teste RU, as raízes foram divididas de acordo com a medicação [NbG, 45S5, Ca(OH)<sub>2</sub> e controle/sem medicação] e cimento (Fillapex ou AH). A medicação permaneceu por 15 dias no canal radicular. Após remoção da medicação, as raízes foram cortadas em fatias e preenchidas com cimento. Após 7 dias, a RU dos cimentos à dentina radicular foi medida pelo teste push-out (MPa). Os dados foram analisados estatisticamente ( $\alpha = 5\%$ ). O modo de falha foi avaliado em lupa estereoscópica. Resultados: NbG e 45S5 aumentaram a MD dentinária em 37,7% e 38,7%,



respectivamente, em relação à linha de base. O  $\text{Ca(OH)}_2$  reduziu a MD da dentina em 23,1% em relação à linha de base. A RU do AH foi menor em todos os grupos em que a medicação intracanal foi utilizada, em comparação com o grupo controle ( $P < 0,001$ ). A RU do Fillapex não foi afetada por nenhum medicamento. Conclusão: O uso de NbG, 45S5 por 15 dias, aumentou a MD da dentina e reduziu a RU entre AH e dentina, mas não interferiu na RU do Fillapex.

**Palavras- chave:** dentina, microdureza, obturação, resistência de união, push-out, nióbio, vidros bioativos, medicação intracanal.

\*artigo aceito na revista Materials.

Dourado, LG. Dentin microhardness and sealer bond strength to root dentin are affecting by using bioactives glasses as intracanal medication [dissertation]. São Luís. Universidade CEUMA; 2019.

### **ABSTRACT**

This study investigated the human dentin microhardness (MH) and the MTA Fillapex® (Fillapex) and AH Plus®(AH) bond strength (BS) to dentin after using calcium hydroxide (Ca(OH)<sub>2</sub>) and bioactive glasses (45S5 and an experimental niobium phosphate bioactive glass (NbG) as intracanal medications. For the MH test dentin slices were filled with medications and were submitted to Knoop MH (KHN) test (at day-0 (baseline data/without medication) and at day-15 (after using medication). For the BS test, after medications had remained for 15 days in the roots, dentin slices were obtained and filled with the sealers. Seven days later, sealer BS to dentin was measured by push-out test (MPa). Data were statistically analyzed. Failure mode was visually assessed. The use of NbG, 45S5 for 15 days, increased the dentin MH and reduced the BS between AH sealer and dentin, but did not interfere with the Fillapex BS.

**Keywords:** dentin, microhardness, obturation, push-out bond strength, niobium, bioactive glasses, intracanal medication.

## LISTAS DE TABELAS E FIGURAS

Tabela 1- Variação dos valores da microdureza dentinária após uso de medicação intracanal.....	24
Tabela 2 – Valores médios de resistência de união dos cimentos AH Plus e MTA Fillapex à dentina radicular.....	25
Tabela 3 – Porcentagem dos modos de falha (coesiva, adesiva e mista) .....	26
Fig. 1 e 2- Processo de fundição do vidro experimental niobofosfato bioativo em forno elétrico.....	35
Fig. 3 - Processo de resfriamento do vidro experimental niobofosfato bioativo.....	36
Fig. 4 - Processo de moagem do vidro experimental niobofosfato bioativo.....	36
Fig. 5- Peneiramento do vidro experimental niobofosfato bioativo.....	36
Fig. 6- Máquina de corte.....	37

Fig.7 e 8- Molar superior seccionado.....	37
Fig. 9- Lima reciproc R50.....	37
Fig. 10- Motor VDW R50.....	37
Fig.11- Ilustração das amostras obtidas do terço médio das raízes.....	38
Fig 12 e 13- Ilustração do indentador Knoop.....	38
Fig. 14- Esquema ilustrativo dos procedimentos de medicação intracanal, preenchimento com cimento e teste de push-out.....	41

## LISTAS DE ABREVIATURAS E SIGLAS

AH.....	Cimento AH Plus
RU.....	Resistência de União
Ca(OH) <sub>2</sub> .....	Hidróxido de Cálcio
MD.....	Microdureza
Nb.....	Nióbio
NbG.....	Vidro Experimental Niobofosfato Bioativo
45S5.....	Vidro Bioativo

## SUMÁRIO

<b>1. Introdução</b> .....	16
<b>2. Materiais e Métodos</b> .....	18
2.1 Preparação das raízes .....	18
2.2 Tratamento das amostras e análise da microdureza a dentina radicular .....	19
2.3 Tratamento das amostras e análise da resistência de união dos cimentos à dentina .....	20
2.4 Análise de dados .....	23
<b>3. Resultados</b> .....	24
<b>4. Discussão</b> .....	26
<b>5. Conclusão</b> .....	30
<b>Referências</b> .....	31
Anexos .....	34
Anexo 1. Metodologia detalhada .....	35
Anexo 2. Parecer do comitê de ética .....	42
Anexo 3. Normas da Revista: Materials .....	44

# ***CAPÍTULO 1***

Dourado, LG. Influência de vidros bioativos utilizados como medicação intracanal na microdureza e resistência de união de cimentos à dentina radicular [dissertação]. São Luís. Universidade CEUMA; 2019.

## RESUMO

Este estudo investigou a microdureza da dentina radicular (MD) e a resistência de união (RU) dos cimentos MTA Fillapex® (Fillapex) ou AH Plus® (AH) à dentina radicular após o uso de hidróxido de cálcio [Ca(OH)<sub>2</sub>], vidros bioativos: 45S5 ou vidro experimental niobofosfato bioativo (NbG) utilizados como medicação intracanal.

*Materiais e métodos:* Foram utilizadas 112 raízes palatinas de molares superiores. Para o teste de MD, as raízes foram divididas em grupos de acordo com a medicação [NbG, 45S5, Ca(OH)<sub>2</sub>]. Foi realizada análise antes da medicação (baseline/sem medicação) e após 15 dias da medicação. Para o teste RU, as raízes foram divididas de acordo com a medicação [NbG, 45S5, Ca(OH)<sub>2</sub> e controle/sem medicação] e cimento (Fillapex ou AH). A medicação permaneceu por 15 dias no canal radicular. Após remoção da medicação, as raízes foram cortadas em fatias e preenchidas com cimento. Após 7 dias, a RU dos cimentos à dentina radicular foi medida pelo teste push-out (MPa). Os dados foram analisados estatisticamente ( $\alpha = 5\%$ ). O modo de falha foi avaliado em lupa estereoscópica. Resultados: NbG e 45S5 aumentaram a MD dentinária em 37,7% e 38,7%,



respectivamente, em relação à linha de base. O  $\text{Ca(OH)}_2$  reduziu a MD da dentina em 23,1% em relação à linha de base. A RU do AH foi menor em todos os grupos em que a medicação intracanal foi utilizada, em comparação com o grupo controle ( $P < 0,001$ ). A RU do Fillapex não foi afetada por nenhum medicamento. Conclusão: O uso de NbG, 45S5 por 15 dias, aumentou a MD da dentina e reduziu a RU entre AH e dentina, mas não interferiu na RU do Fillapex.

**Palavras- chave:** dentina, microdureza, obturação, resistência de união push-out, nióbio, vidros bioativos, medicação intracanal.

\*artigo aceito na revista Materials.

## 1. Introdução

Estudos *in vitro* mostraram que o uso de hidróxido de cálcio [Ca(OH)<sub>2</sub>] como medicação intracanal afeta negativamente as propriedades da dentina, tais como a microdureza [1, 2] e a resistência à fratura radicular [3, 4]. Esse efeito enfraquecedor na dentina está associado à uma incidência clínica relatada de 32% a 40% de fraturas radiculares em pacientes submetidos a tratamento prolongado com medicação intracanal de Ca(OH)<sub>2</sub> [4, 5].

Da mesma forma, o uso de Ca(OH)<sub>2</sub> como medicação intracanal pode afetar a resistência de união dos cimentos endodônticos à dentina radicular. A presença de partículas remanescentes de Ca(OH)<sub>2</sub> presas às paredes do canal podem afetar a presa do cimento endodôntico [6]. Isso aumentaria a probabilidade de deslocamento do material de preenchimento, (re)contaminação microbiana e percolação de fluidos via coronal e apical [7].

Os vidros bioativos podem ser considerados alternativas ao uso do Ca(OH)<sub>2</sub> como medicação intracanal. Esses biomateriais promovem a regeneração óssea e a remineralização da dentina devido à sua capacidade de formar uma camada de hidroxicarbonato de apatita [8-10]. O vidro bioativo tem efeito antimicrobiano em sistemas fechados [11] e, ao contrário do hidróxido de cálcio, foi relatado que a eficácia antibacteriana do vidro bioativo aumenta quando em contato com a dentina [11, 12]. Além disso, esses vidros bioativos liberam cálcio, fosfato, sódio, sílica e,

dependendo da troca de líquidos no ambiente, se transformam lentamente em fosfato de cálcio [13]. Recentemente um estudo mostrou que o NbG experimental reduziu a formação de biofilmes de várias espécies e apresentou os menores valores de biofilme após 14 dias do uso. A suspensão de um vidro bioativo demonstrou afetar em menor grau as propriedades mecânicas da dentina radicular humana que o hidróxido de cálcio [14].

O primeiro vidro bioativo desenvolvido foi a composição original 45S5 (45% de  $\text{SiO}_2$ , 24,5% de  $\text{CaO}$ , 24,5 % de  $\text{Na}_2\text{O}$ , e 6% de  $\text{P}_2\text{O}_5$ ) [15]. Este vidro a base de fosfatos é capaz de se unir não apenas ao osso, mas também aos tecidos conjuntivos moles [16, 17]. Uma das desvantagens dos vidros a base de fosfato é sua baixa durabilidade química em ambientes aquosos [18]. No entanto, a durabilidade dos vidros fosfatados pode ser melhorada com a adição de óxido de nióbio [19]. Pesquisadores demonstraram que a adição de óxidos ao vidro bioativo melhora sua durabilidade em ambientes aquosos [18, 19], aumenta sua capacidade de ligação aos tecidos [17], além de melhorar sua radiopacidade e microdureza [20, 21].

Considerando a possibilidade de ter uma medicação intracanal que atue nas propriedades mecânicas dos cimentos endodônticos ou do canal radicular, este estudo focou em dois diferentes vidros bioativos usados como medicações intracanal: um disponível comercialmente (45S5) e outro uma composição experimental (NbG). Portanto, investigamos a microdureza da dentina humana e a resistência de união dos cimentos endodônticos

(AH Plus<sup>®</sup> e MTA Fillapex<sup>®</sup>) à dentina após o uso de Ca(OH)<sub>2</sub> e dois vidros bioativos utilizados como medicação intracanal.

## **2. Materiais e métodos**

Os materiais utilizados como medicações intracanal foram: 1) 45S5 (SYLC<sup>®</sup> Denfotex Research Ltd., Ilkley, Reino Unido), 2) vidro experimental niobofosfato bioativo (NbG) e 3) hidróxido de cálcio (Ca(OH)<sub>2</sub>- UltraCal<sup>®</sup>XS, EUA). O NbG foi obtido pela fusão de precursores químicos em um forno elétrico, de acordo com estudos anteriores [22, 23]. A composição do NbG é composta em peso por 44% Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>; 3% P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>; 21% CaO e 2% Na<sub>2</sub>O, e o 45S5, 45% SiO<sub>2</sub>; 24,5% CaO; 24,5% Na<sub>2</sub>O e 6% P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>.

### **2.1 Preparo das raízes**

Após aprovação pelo Comitê de Ética em Pesquisa local (número do protocolo: 1.066.954 / 2015), foram selecionadas 112 raízes palatinas dos primeiros molares superiores extraídos por razões diversas: 48 para análise de microdureza (MD) da dentina e 64 para o teste de resistência de união ao push-out (RU). As raízes foram radiografadas para verificar a presença de canal único, ausência de calcificação, reabsorção ou tratamento endodôntico prévio. As raízes foram limpas e armazenadas por 1 semana em água destilada. As raízes foram seccionadas abaixo da junção cimento–esmalte perpendicularmente ao seu eixo longitudinal utilizando uma máquina de corte (Isomet 100 Precision Saw; Buehler

Ltd, Lake Bluff, IL, EUA), e o comprimento de trabalho foi determinado visualmente a 1,0 mm aquém do forame apical. Os canais foram preparados utilizando instrumentos Reciproc (VDW, Munique, Alemanha) R50, com 10mL de hipoclorito de sódio a 1% como solução. A smear layer foi removida com 5 mL de EDTA a 17% por 1 min.

## 2.2 Tratamento das amostras e análise da microdureza dentinária

Para comparar os valores médios da MD (KHN) entre os grupos, foram considerados os seguintes parâmetros para o tamanho da amostra: nível de confiança de 95%; poder de 80%, desvio padrão de 5 [4] e diferença mínima a ser detectada entre grupos de 5 pontos na média da MD. O tamanho da amostra estabelecido foi 16.

As raízes foram divididas aleatoriamente em grupos, de acordo com os materiais utilizados como medicação [NbG, 45S5 e Ca(OH)<sub>2</sub>]. Em seguida, foram obtidas amostras de 3 mm de espessura (n = 16 por grupo) a partir do terço médio das raízes, usando uma máquina de corte de precisão ( Isomet 100 (Buehler Ltd, Lake Bluff, IL, EUA) sob refrigeração constante com água. As amostras foram embutidas em tubos de PVC e resina acrílica. A superfície dentinária das amostras foi polida em uma polidora (Politriz, Arotec, Cotia, SP, Brasil).

A MD Knoop inicial (antes da medicação) foi realizada em um microdurômetro (Shimadzu HMV-2000, Kyoto, Japão) em 40x, de

aumento, com indentação de 100 g de carga por 15 s de tempo de contato. Cada amostra recebeu três indentações a uma distância de 20 µm do lúmen do canal, em quatro posições diferentes. Os valores médios de dureza Knoop (KHN) foram calculados para cada amostra como o valor médio de doze indentações.

Posteriormente, as medicações foram inseridas no lúmen das amostras e sobre elas, cobrindo completamente a dentina. Ambos os vidros bioativos foram misturados com água destilada na proporção de 2:1. Esses valores foram predeterminados em um estudo piloto, utilizando uma balança analítica e um método de dupla pesagem. Os vidros bioativos (0,1 mL) foram aplicados com uma seringa plástica e agulhas NaviTips® (Ultradent, South Jordan, UT, EUA). O  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  foi usado diretamente com a seringa fornecida pelo fabricante. Após 15 dias, a medicação foi removida, as amostras foram lavadas com água destilada e secas com papel absorvente e a MD foi medida novamente.

### 2.3 Tratamento das amostras e análise da resistência de união (RU) dos cimentos à dentina

Para comparar os valores médios da RU (MPa) entre os grupos, foram considerados os seguintes parâmetros para o cálculo do tamanho da amostra: nível de confiança de 95%, poder de 80%, desvio padrão de 2,5 [20] e diferença mínima a ser detectada entre os grupos de 4 pontos no valor de RU.

O tamanho inicial da amostra necessário foi de 6 raízes. Considerando a probabilidade de perda, o tamanho final da amostra adotado foi 8.

As 64 raízes foram divididas aleatoriamente em 8 grupos, de acordo com a medicação [NbG, 45S5, Ca(OH)<sub>2</sub> e controle/sem medicação] e cimento [AHPlus<sup>®</sup>(AH), Dentsply Maillefer, Ballaigues, Suíça ou MTA Fillapex<sup>®</sup>(Fillapex) Angelus Indústria de Produtos Odontológicos S/A, Londrina, Brasil] da seguinte forma: 1)NbG+AH; 2)NbG+Fillapex; 3)45S5+AH; 4)45S5+Fillapex; 5)Ca(OH)<sub>2</sub>+AH; 6)Ca(OH)<sub>2</sub>+Fillapex; 7)Controle+AH; e 8)Controle+Fillapex.

As medicações foram inseridas nos canais da mesma maneira (proporção, quantidade e tipo de seringas utilizadas) das amostras preparadas para o teste de MD. Após 15 dias, a medicação foi removida do canal utilizando o instrumento R50, 5 ml de hipoclorito de sódio a 1% e 5 ml de EDTA. Cada raiz foi seccionada. Os 2 mm apical e cervical de todas as amostras foram cortados e descartados. A raiz restante foi seccionada em quatro fatias de 1,5 mm de espessura ( $\pm 0,01$  mm). Cada fatia de dentina foi colocada em recipientes plásticos individuais imersos em solução fisiológica a 37°C por 48 horas.

As amostras foram secas e os canais foram preenchidos com o cimento endodôntico, utilizando uma seringa Centrix (DFL, Rio de Janeiro, RJ, Brasil). O canal radicular foi preenchido apenas com o cimento. Isso eliminou a possibilidade de gerar uma fonte sistemática de erro, quando dois materiais (cimento + guta-percha)

são usados, o que criaria pelo menos duas interfaces a serem "empurradas" durante o teste. Após o preenchimento do lúmen do canal com o cimento, as amostras foram cobertas com tiras de poliéster. Uma placa de vidro foi colocada sobre as amostras para evitar extravasamento do cimento no lúmen do canal.

Os espécimes permaneceram em uma estufa a 37°C em um ambiente com 100% de umidade por 30 dias.

Neste teste, a unidade amostral foi definida como sendo cada uma das raízes utilizadas. Portanto, calculou-se a média aritmética dos valores de resistência de união das amostras de teste provenientes do mesmo dente. Imagens de ambos os lados (cervical e apical) das amostras foram capturadas com uma câmera digital (Q-Color 5; Olympus, America Inc., PA, EUA) acoplada a uma lupa estereomicroscópica (SZ61; Olympus America Inc., PA, USUMA), usando ampliação de 40x. Os diâmetros do lúmen de ambos os lados das amostras foram medidos usando o software *Image J* (National Institute of Health, Maryland, EUA <http://rsb.info.nih.gov/ij/>). A resistência de união do cimento à dentina foi medida pelo teste de micropush-out: A superfície cervical de cada amostra de teste foi colocada no suporte acoplado à base da máquina de teste universal (EMIC, Instron Brasil Equipamentos Científicos Ltda, São José dos Pinhais, Brasil). Assim, o lado apical ficou voltado para o cilindro de aço inoxidável fixado. Uma carga de 50 kgf foi aplicada. O diâmetro do cilindro de aço foi selecionado para que pudesse ser 0,2 mm menor que o diâmetro apical da amostra, a fim de impedir que ele



tocasse as paredes da dentina durante o teste. O teste foi realizado a uma velocidade de 0,5 mm/minuto até a extrusão completa do cimento, registrada pela queda abrupta no valor da carga aplicada. Usando o valor de carga em Kgf registrados após os testes, os valores da resistência de união (MPa) foram calculados dividindo a força máxima necessária para deslocar o cimento em Newtons(N) pela área adesiva ( $BS = F/A$ ). Onde:  $A = \pi(R + r)h + \pi(R - r)h$  **A** corresponde à área de superfície da amostra; **p** é a constante 3,1416; **R** é o maior raio do cone; **r** é o menor raio do cone e **h** é a espessura da amostra [25]. Para analisar os modos de falha, após o teste, as amostras foram clivadas longitudinalmente e os segmentos radiculares foram observados sob ampliação de 10x para medir a porcentagem de “substrato livre” (dentina livre de material):> 75%: falha coesiva, <25%: falha adesiva,> 25% a <75%: falha mista [25].

#### 2.4 Análise de dados

Os testes de Shapiro-Wilk e Levene foram realizados para comprovar a normalidade dos dados e a igualdade das variâncias. Para os dados de MD, a análise estatística foi realizada por meio do teste *t* de Student pareado para comparar os grupos experimentais e suas medições da linha de base. Para comparar a variação percentual na MD entre os grupos, foram utilizadas one-way ANOVA e Tukey. O nível de significância foi estabelecido em 0,05.

Para os dados da RU, a análise estatística foi realizada utilizando ANOVA de dois fatores e teste de Tukey. O tamanho do

efeito que as variáveis independentes (tipo de medicação intracanal e tipo de cimento) tiveram na RU foi calculado com Eta ao quadrado ( $\eta^2$  parcial). O nível de significância foi estabelecido em 0,05.

Todos os testes estatísticos foram realizados no software SigmaPlot 12.5 (Systat Software Inc, San Jose, CA, EUA). O modo de falha foi avaliado e relatado usando porcentagens (%).

### 3. Resultados

Os resultados da análise da MD mostraram que o  $\text{Ca(OH)}_2$  reduziu a MD dentinária em 23,1% em relação à MD inicial. Por outro lado, NbG e 45S5 induziram um aumento na MD dentinária de 37,7% e 38,7%, respectivamente (Tabela 1).

Tabela 1 -Variação (percentual) dos valores da microdureza dentinária Knoop (KHN) (média±desvio padrão) após o uso de medicação intracanal por 15 dias.

		Microdureza Dentinária (MD)		
		Linha de base (dia 0 – sem medicação)	Após medicação (15 dias)	Variação (%)
	NbG	34,7±7,1 B	45,2±11,2 A	+37,7±37,6 <sup>a</sup>
Medicação intracanal	45S5	35,4±9,9 B	45,3±8,7 A	+38,7±48,8 <sup>a</sup>
	$\text{Ca(OH)}_2$	40,8±4,9 A	29,5±6,7 B	-23,1±16,1 <sup>b</sup>

\*Letras maiúsculas diferentes em linha indicam diferenças estatisticamente significativas entre os períodos de tempo (teste t de Student pareado  $P < 0,05$ ). Diferentes letras minúsculas na coluna indicam diferenças estatisticamente significativas entre os medicamentos (Anova One-way  $P < 0,05$ ).

Considerando os dois cimentos endodônticos, na maioria dos grupos experimentais, os valores de RU da dentina e cimento foram numericamente mais baixos quando foi utilizada a medicação intracanal, em comparação ao grupo controle. Os valores de RU foram maiores para o cimento AH, em comparação com as amostras em que foram utilizados o Fillapex. Os valores de RU do Fillapex não foram estatisticamente diferentes com ou sem o uso de qualquer medicação intracanal anterior. Os valores de RU do AH foram maiores no grupo controle (sem medicação intracanal prévia) quando comparados aos demais grupos ( $P < 0,001$ ) (Tabela 2).

Tabela 2- Valores médios de resistência de união (Mpa) para AH Plus® e MTA Fillapex® de acordo com a medicação intracanal utilizada previamente à obtenção do canal radicular.

	Medicação Intracanal			
	NbG	45S5	Ca(OH) <sub>2</sub>	Controle (sem medicação)
AH Plus®	4,51 <sup>a</sup> (±2,6)	7,14 <sup>a</sup> (±3,9)	7,13 <sup>a</sup> (±2,7)	11,33 <sup>b</sup> (±3,5)
MTA Fillapex®	0,33 (±1,68)	0,15 (±0,5)	0,97 (±0,7)	0,38 (±0,2)

\* Diferentes letras na mesma linha indicam diferença estatística (Post-hoc Tukey  $P < 0,05$ ).

Os valores parciais de  $\eta^2$  foram de 0,762 para o cimento e 0,367 para a medicação intracanal, o que significa que 76,2% da variação ocorreu na resistência de união devido ao cimento, enquanto apenas 37,7% ocorreu devido a medicação intracanal.

Os resultados do modo de falha são mostrados na Tabela 3. Em geral, a maioria dos modos de falha foi coesiva.

Tabela 3 – Porcentagem (%) dos modos de falha (coesiva, adesiva e mista) considerando a combinação de medicação intracanal [NbG, 45S5, Ca(OH)<sub>2</sub>, e controle (sem medicação)] e cimentos (AH ou Fillapex).

	Adesiva (%)	Coesiva (%)	Mista (%)
NbG + AH	10,15	71,9	18,65
45S5 + AH	5,7	70	24,3
Ca(OH) <sub>2</sub> + AH	0	79,5	20,5
Controle + AH	0	71	29,0
NbG+Fillapex	0	83	17
45S5+Fillapex	0	85	15
Ca(OH) <sub>2</sub> +Fillapex	0	79	21
Controle+Fillapex	0	84	16

#### 4. Discussão

O presente estudo mostrou que o NbG experimental e o 45S5 induziram um aumento de 38% na MD da dentina após 15 dias de contato. Por outro lado, o Ca(OH)<sub>2</sub> reduziu a MD da dentina em 23% em relação à linha de base. A RU do AH foi menor quando o canal radicular foi preenchido previamente com NbG (4,51 MPa) ou com as outras duas medicações, quando comparado ao grupo controle (sem medicação) (11,33 MPa). A RU do Fillapex à dentina não foi influenciada pelo uso de nenhuma medicação intracanal.

Estudos anteriores relataram que a incorporação de pentóxido de Nb aumentou a microdureza de materiais adesivos experimentais

[20, 21]. Com base nisso, questionamos se a incorporação de Nb no vidro melhoraria a MD dentinária. No entanto, a MD e a RU do cimento à dentina foram afetados de forma semelhante pelos dois biovidros diferentes, o vidro experimental ou o vidro comercial.

Os diferentes mecanismos de liberação de íons  $\text{Ca(OH)}_2$  dos vidros bioativos podem apoiar os resultados atuais, onde encontramos uma maior MD dentinária quando os vidros bioativos estavam em contato com a dentina. Em um estudo anterior [23], foi demonstrado que o NbG e o 45S5 liberavam íons cálcio, diminuindo a quantidade ao longo do tempo (0 a 14 dias), semelhante ao que ocorre com o  $\text{Ca(OH)}_2$ . Se considerarmos esse fato isoladamente, devemos esperar uma redução na MD dentinária para amostras tratadas com vidros bioativos, da mesma maneira que ocorreu para as amostras tratadas com  $\text{Ca(OH)}_2$ . No entanto, no estudo anterior, os vidros bioativos liberaram uma quantidade muito maior de íons sódio ao longo do tempo, em comparação com o  $\text{Ca(OH)}_2$ , e também começaram a liberar íons fosfato após 7 dias, o que não ocorre para o  $\text{Ca(OH)}_2$  [23]. Essa quantidade mais alta de íons disponíveis nos primeiros 14 dias de uso de vidros bioativos podem ter melhor ganho mineral pela dentina neste estudo, consequentemente, melhorando a dureza.

Pesquisas mostraram que amostras de dentina tratadas com vidros bioativos apresentavam superfície lisa pela formação de cristais, o que poderia melhorar o selamento dos túbulos dentinários [9]. Apesar da morfologia e das técnicas analíticas estarem fora do

escopo deste estudo, podemos supor que uma superfície dentinária regular e mais suave possa ser um fator adicional para nossos valores mais elevados da MD. Como o EDTA não foi usado para lavar as amostras de dentina na remoção da medicação após 15 dias para a análise de MD, isso também pode ter contribuído para uma superfície mais plana, com túbulos dentinários cobertos.

Os presentes achados apontam que o uso de vidros bioativos como medicação intracanal pode ser uma opção valiosa para situações clínicas em que o dente esteja enfraquecido [3-5], como em procedimentos de apicificação ou regeneração endodôntica.

Os vidros bioativos tiveram influência semelhante ao  $\text{Ca(OH)}_2$  na RU do cimento à dentina. Embora, no presente estudo, apenas 37,7% da variação na RU ocorra devido ao uso de medicações intracanaís, vale ressaltar que NbG, 45S5 e  $\text{Ca(OH)}_2$  induziram uma redução na adesão entre AH e a dentina. O  $\text{Ca(OH)}_2$  reduz a permeabilidade dentinária porque pode bloquear os túbulos dentinários [26]. Esse bloqueio prejudicaria a adesão do cimento na entrada dos túbulos dentinários, conseqüentemente, reduzindo a resistência de união na interface dentina/cimento. Outra razão para uma menor RU do AH à dentina radicular pode ser devido ao pH alcalino do NbG, 45S5 e  $\text{Ca(OH)}_2$ . Uma investigação anterior mostrou um pH de 7,3, 7,8 e 10,3 após 14 dias com NbG, 45S5 e  $\text{Ca(OH)}_2$ , respectivamente [19]. O pH alcalino pode alterar a morfologia e/ou a composição da matriz de colágeno, prejudicando a adesão do cimento [23].

O bloqueio dos túbulos e o pH alcalino podem ser algumas das razões para a redução da RU do AH; no entanto, essa redução não foi observada na RU do Fillapex. Talvez a RU do Fillapex não tenha sido afetada por nenhuma das medicações intracanaís porque o Fillapex é um cimento biocerâmico (enquanto o AH é um cimento a base de resina epóxi-amina). Durante a reação de presa do Fillapex, a umidade presente nos túbulos dentinários hidrata o hidróxido de cálcio livre, presente em uma das pastas do cimento, formando  $\text{Ca(OH)}_2$ , que reage com o salicilato, presente na outra pasta do cimento, completando a presa [28]. Os compostos análogos presentes em ambos (nas medicações e durante a presa do Fillapex) parece não afetar a RU do cimento à dentina radicular.

A avaliação do modo de falha encontrou alta porcentagem de falhas coesivas nos dois materiais de preenchimento de canal radicular testados. Esses achados estão de acordo com outros estudos [29] e podem reforçar a ideia de que não apenas o AH, mas também o Fillapex apresentam alguma capacidade de aderir às paredes do canal, mesmo que uma medicação intracanal tenha sido usada anteriormente.

## **5. Conclusão**

Os achados deste estudo mostraram que o uso de NbG e 45S5 por 15 dias, aumentou a MD da dentina e reduziu a RU entre o cimento AH e a dentina; mas não interferiu na RU do Fillapex. Esses resultados apontam para uma vantagem potencial do uso de vidros bioativos como medicação intracanal, uma vez que aumentam o MD da dentina e combinam bem com o cimento à base de MTA. Clinicamente, isso pode ser benéfico em situações em que a estrutura dentária esteja enfraquecida e na otimização da adesão do cimento.



## Referências

1. Yoldas, O.; Dogan, C.; Seydaoglu, G. the effect of two different calcium hydroxide silicate-based materials on collagen matrix integrity of mineralized dentin. *J. Endod.* **2012**, 38, 829-833.
2. Yilmaz, S.; Dumani, A.; Yoldas, O. The effect of antibiotic pastes on microhardness of dentin. *Dent. Traumatol.* **2016**, 32, 27-31.
3. Andreasen, J.O.; Farik, B.; Munksgaard, E.C. Long-term calcium hydroxide as a root canal dressing may increase risk of root fracture. *Dent. Traumatol.* **2002**, 18, 134-137.
4. Yassen, G.H.; Vail, M.M.; Chu, T.G.; Platt, J.A. The effect of medicaments used in endodontic regeneration on root fracture and microhardness of radicular dentine. *Int. Endod. J.* **2013**, 46, 688–695.
5. Cvek, M. Prognosis of luxated non-vital maxillary incisors treated with calcium hydroxide and filled with gutta-percha. A retrospective clinical study. *Endod. Dent. Traumatol.* **1992**, 8:45–55.
6. Sarkar NK, Caicedo R, Ritwik P, et al. Physiochemical basis of the biologic properties of mineral trioxide aggregate. *J Endod* 2005, 31:97–100.
7. Calt S, Serper A. Dentinal tubule penetration of root canal sealers after root canal dressing with calcium hydroxide. *J Endod* 1999, 25:431–3.
8. Kinney, J.H.; Habelitz, S.; Marshall, S.J.; Marshall, G.W. The importance of intrafibrillar mineralization of collagen on the mechanical properties of dentin. *J. Dent. Res.* **2003**, 82:957–61.
9. Wang, Z.; Jiang, T.; Sauro, S.; Wang, Y.; Thompson, I.; Watson, T.F.; Sa, Y.; Xing, W.; Shen, Y.; Haapasalo, M. Dentine remineralization induced by two bioactive glasses developed for air abrasion purposes. *J. Dent.* **2011**, 39, 746-756.
10. Bertassoni, L.E.; Habelitz, S.; Marshall, S.J.; Marshall, G.W. Mechanical recovery of dentin following remineralization in vitro – an indentation study. *J. Biomech.* **2011**, 44, 176–181.
11. Zehnder M, Söderling E, Salonen J, Waltimo T. Preliminary evaluation of bioactive glass S53P4 as an endodontic medication *in vitro*. *J Endod* 2004;30:220-224.

12. Zehnder M, Waltimo N, Sener B, Söderling E. Dentin enhances the effectiveness of bioactive glass S53P4 against a strain of *Enterococcus faecalis*. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol and Endod* 2006;101:530-535.
13. Sepulveda P, Jones JR, Hench LL. Characterization of melt-derived 45S5 and sol-gel-derived 58S bioactive glasses. *J Biomed Mater Res* 2001;58:734-740.
14. Marending M, Stark WJ, Brunner TJ, Fischer J, Zehnder M. Comparative assessment of time-related bioactive glass and calcium hydroxide effects on mechanical properties of human root dentin. *Dent Traumatol* 2009;25:126-129.
15. Hench, L. L., Splinter, R. J., Allen, W. C., and Greenlee, T. K. Bonding mechanisms at the interface of ceramic prosthetic materials. *J Biomed Mater. Res. Symp.* **1971**, 2, 117–141.
16. Wilson, J.; Noletti, D. Bonding of soft tissues to Bioglass®. *In*: Yamamuro T, Hench LL, Wilson J. *Handbook of Bioactive Ceramics*. Ed. CRC Press, Boca Raton, FL, USA; 1990, p. 283–302.
17. Hench, L.L.; Jones, J.R. Bioactive Glasses: Frontiers and Challenges. *Front. Bioeng. Biotechnol.* **2015**, 3, 194.
18. Sene, F.F.; Martinelli, J.R.; Gomes, L. Synthesis and characterization of niobium phosphate glasses containing barium and potassium. *J. Non-Cryst. Solids.* **2004**, 348, 30–7.
19. Carvalho, C.N.; Martinelli, J.R.; Bauer, J.; Haapasalo, M.; Shen, Y.; Manso, A.; et al. Micropush-out dentine bond strength of a new gutta-percha and niobium phosphate glass composite. *Int. Endod. J.* **2015**, 48, 451-459.
20. Leitune, V.C.; Collares, F.M.; Takimi, A.; Lima, G.B.; Petzhold, C.L.; Bergmann, C.P. Niobium pentoxide as a novel filler for dental adhesive resin. *J. Dent.* **2013a**, 41, 106–113.
21. Leitune, V.C.; Takimi, A.; Collares, F.M.; Santos, P.D.; Provenzi, C.; Bergmann, C.P. Niobium pentoxide as a new filler for methacrylate-based root canal sealers. *Int. Endod. J.* **2013b**, 46, 205–210.
22. Carvalho, C.N.; Wang, Z.; Shen, Y.; Gavini, G.; Martinelli, J.R.; Manso, A.; Haapasalo, M. Comparative analyses of ion release, pH and multispecies biofilm formation between conventional and bioactive gutta-percha. *Int. Endod. J.* **2016a**, 49, 1048-1056.
23. Carvalho, C.N.; Freire, L.G.; Carvalho, A.P.; Duarte, M.A.; Bauer, J.; Gavini, G. Ions Release and pH of Calcium Hydroxide-

Chlorhexidine- and Bioactive Glass-Based Endodontic Medicaments. *Braz. Dent. J.* **2016b**, 27, 325-331.

24. 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. *Iran. Endod. J.* **2017**, 12, 343-348.
25. Carvalho, C.N.; Bauer, J.; Ferrari, P.H.; Souza, S.F.; Soares, S.P.; Loguercio, A.D.; Bombana, A.C. Influence of calcium hydroxide intracanal medication on bond strength of two endodontic resin-based sealers assessed by micropush-out test. *Dent. Traumatol.* **2013**, 29, 73-76.
26. Schwartz, R.S. Adhesive dentistry and endodontics. Part 2: Bonding in the root canal system-The promise and the problems: A review. *J. Endod.* **2006**, 32, 1125-1134.
27. Souza, S.F.C.; Bombana, A.C.; Francci, C.; Gonçalves, F.; Castellan, C.; Braga, R.R. Polymerization stress, flow and dentine bond strength of two resin-based root canal sealers. *Int. Endod. J.* **2009**, 42, 867-873.
28. Angelus. MTA Fillapex Endodontic sealer. Scientific profile. Available at: [[http://www.angelusdental.com/img/arquivos/mta\\_fillapex\\_technical\\_profile\\_download.pdf](http://www.angelusdental.com/img/arquivos/mta_fillapex_technical_profile_download.pdf)].
29. Carvalho, N.K.; Prado, M.C.; Senna, P.M.; Neves, A.A.; Souza, E.M.; Fidel, S.R.; Sassone, L.M.; Silva, E.J.N.L. Do smear-layer removal agents affect the push-out bond strength of calcium silicate-based endodontic sealers? *Int. Endod. J.* **2017**, 50, 612-619.

***ANEXOS***

## 1. Metodologia detalhada

### 1.1 Aspectos éticos

Após aprovação pelo Comitê de Ética em Pesquisa local (número do protocolo: 1.066.954 / 2015), foram selecionadas 112 raízes palatinas dos primeiros molares superiores extraídos por inúmeras razões: 48 para análise de microdureza (MD) da dentina e 64 para o teste de resistência de união push-out (RU).

### 1.2 Medicamentos utilizados

Os materiais utilizados como medicamentos intracanal foram:

- 1) 45S5 (SYLC<sup>®</sup> Denfotex Research Ltd., Ilkley, Reino Unido)
- 2) vidro bioativo experimental de fosfato de nióbio (NbG)
- 3) hidróxido de cálcio (Ca(OH)<sub>2</sub> - UltraCal<sup>®</sup> XS, Jordânia do Sul, EUA).

O NbG foi obtido pela fusão de precursores químicos em um forno elétrico, de acordo com estudos anteriores [22, 23]. A composição do NbG é 44% em peso de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>; 3% em peso de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>; 21% em peso de CaO e 2% em peso de Na<sub>2</sub>O, e o 45S5 45% em peso de SiO<sub>2</sub>; 24,5% em peso de CaO; 24,5% em peso de Na<sub>2</sub>O e 6% de peso em P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>.



Fig.1



Fig.2



Fig.3



Fig.4



Fig.5

Fig. 1 e 2- Fusão forno elétrico (1400° C)

Fig. 3- Resfriamento

Fig. 4- Moagem

Fig. 5- Peneiramento

### 1.3 Preparo das raízes

As raízes foram seccionadas abaixo a junção cimento – esmalte perpendicularmente ao seu eixo longitudinal utilizando uma máquina de corte (Isomet 100 Precision Saw; Buehler Ltd, Lake Bluff, IL, EUA), e o comprimento de trabalho foi determinado visualmente a 1,0 mm aquém do forame apical.

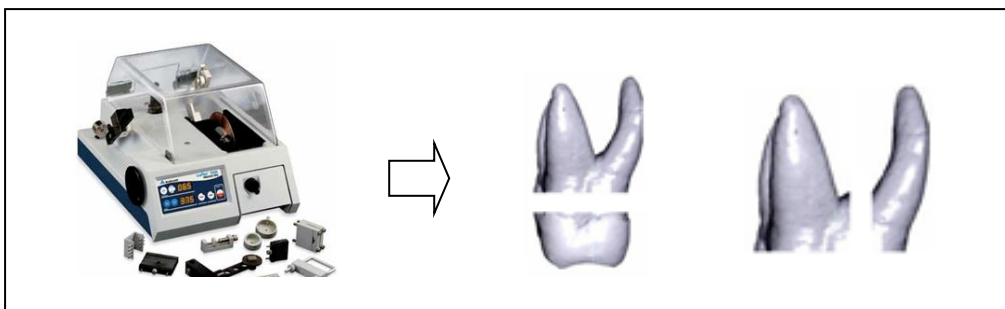


Fig. 6- Máquina de corte  
Fig. 7 e 8- Molar superior seccionado

#### 1.4 Tratamento das amostras

Os canais foram preparados utilizando instrumentos Reciproc (VDW, Munique, Alemanha) até o instrumento memória R50, com 10mL de hipoclorito de sódio a 1% como solução irrigante. A smear layer foi removida com 5 mL de EDTA a 17% por 1 min.



Fig. 9 - Lima Reciproc R50  
Fig. 10 - Motor VDW Silver

#### 1.5 Análise da microdureza (MD)

As raízes foram divididas aleatoriamente em grupos, de acordo com os materiais utilizados como medicação [NbG, 45S5 e Ca(OH)<sub>2</sub>]. Em seguida, foram obtidas amostras de 3 mm de espessura (n = 16 por grupo) a partir do terço médio das raízes, usando uma máquina de corte de precisão ( Isomet 100 (Buehler Ltd, Lake Bluff, IL, EUA) sob refrigeração constante com água. As

amostras foram inseridas em tubos de PVC e resina acrílica. A superfície dentinária das amostras foi polida em uma polidora ( Politriz , Arotec , Cotia , SP, Brasil).

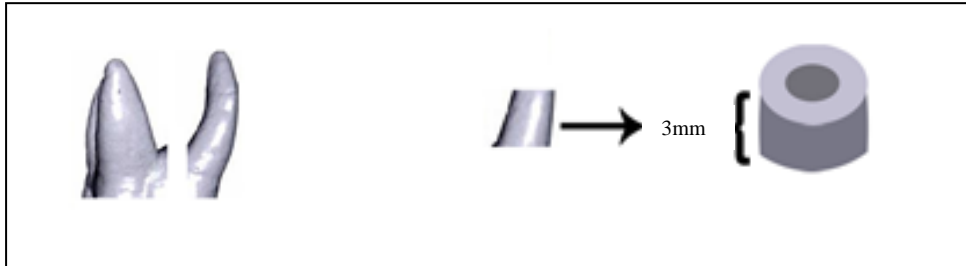


Fig. 11. Ilustração das amostras obtidas do terço médio das raízes

A MD da linha de base foi realizada em uma máquina de teste (Shimadzu HMV-2000, Kyoto, Japão) e em uma indentação de 40x Knoop , usando 100 g de carga por 15 s de tempo de contato. Cada amostra recebeu três indentações a uma distância de 20  $\mu\text{m}$  do lúmen do canal, em quatro posições diferentes. Os valores médios de dureza Knoop (KHN) foram calculados para cada amostra como o valor médio de doze indentações.

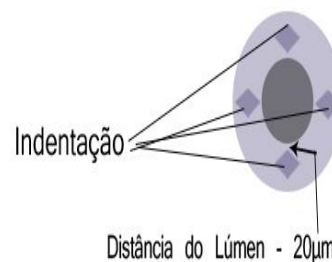


Fig.12 e 13 – Ilustração do indentador Knoop



Posteriormente, as medicações foram inseridas no lúmen das amostras e sobre elas, cobrindo completamente a dentina. Ambos os vidros bioativos foram misturados com água destilada na proporção de 2: 1. Esses valores foram predeterminados em um estudo piloto, utilizando uma balança analítica e um método de dupla pesagem. Os vidros bioativos (0,1 mL) foram aplicados com uma seringa plástica e agulhas NaviTips<sup>®</sup> (Ultradent, South Jordan, UT, EUA). O Ca(OH)<sub>2</sub> foi usado diretamente da seringa fornecida pelo fabricante. Após 15 dias, a medicação foi removida (as amostras foram lavadas com água destilada e secas com papel absorvente macio) e a MD foi medida.

#### 1.4 Análise da resistência de união (RU) do cimento à dentina

As 64 raízes foram divididas aleatoriamente em 8 grupos, de acordo com a medicação [NbG, 45S5, Ca(OH)<sub>2</sub> e controle/sem medicação] e cimento [AHPlus<sup>®</sup> (AH), Dentsply Maillefer, Ballaigues, Suíça ou MTA Fillapex<sup>®</sup> (Fillapex) Angelus Indústria de Produtos Odontológicos S / A, Londrina, Brasil] da seguinte forma:

Grupos	Medicação Intracanal (MIC)	Cimento Endodôntico
1	NbG	AH
2	NbG	Fillapex
3	45S5	AH
4	45S5	Fillapex
5	Ca(OH) <sub>2</sub>	AH
6	Ca(OH) <sub>2</sub>	Fillapex
7	Controle	AH
8	Controle	Fillapex

As medicações foram inseridas nos canais da mesma maneira (proporção, quantidade e tipo de seringas utilizadas) das amostras preparadas para o teste de MD. Após 15 dias, a medicação foi removida do canal usando o instrumento memória (R50), 5 ml de hipoclorito de sódio a 1% e 5 ml de EDTA. Cada raiz foi cortada em amostras de dentina. Os 2 mm apical e cervical de todas as amostras foram cortados e descartados. A raiz restante foi cortada em quatro amostras de 1,5 mm de espessura ( $\pm 0,01$  mm). Cada amostra de dentina foi colocada em recipientes plásticos individuais imersos em solução fisiológica a 37 ° C por 48 horas.

As amostras foram secas e os canais foram preenchidos com o cimento endodôntico, utilizando uma seringa Centrix (DFL, Rio de Janeiro, RJ, Brasil). O lúmen do canal foi preenchido apenas com o cimento para obter um melhor controle da falha. Isso eliminou a possibilidade de gerar uma fonte sistemática de erro, quando dois materiais (cimento + material obturador) são usados, o que criaria pelo menos duas interfaces a serem "empurradas" durante o teste. Após o preenchimento do lúmen do canal com o cimento, as amostras foram cobertas com tiras de poliéster. Uma placa de vidro repousava sobre as amostras para evitar vazamento do cimento no lúmen do canal.

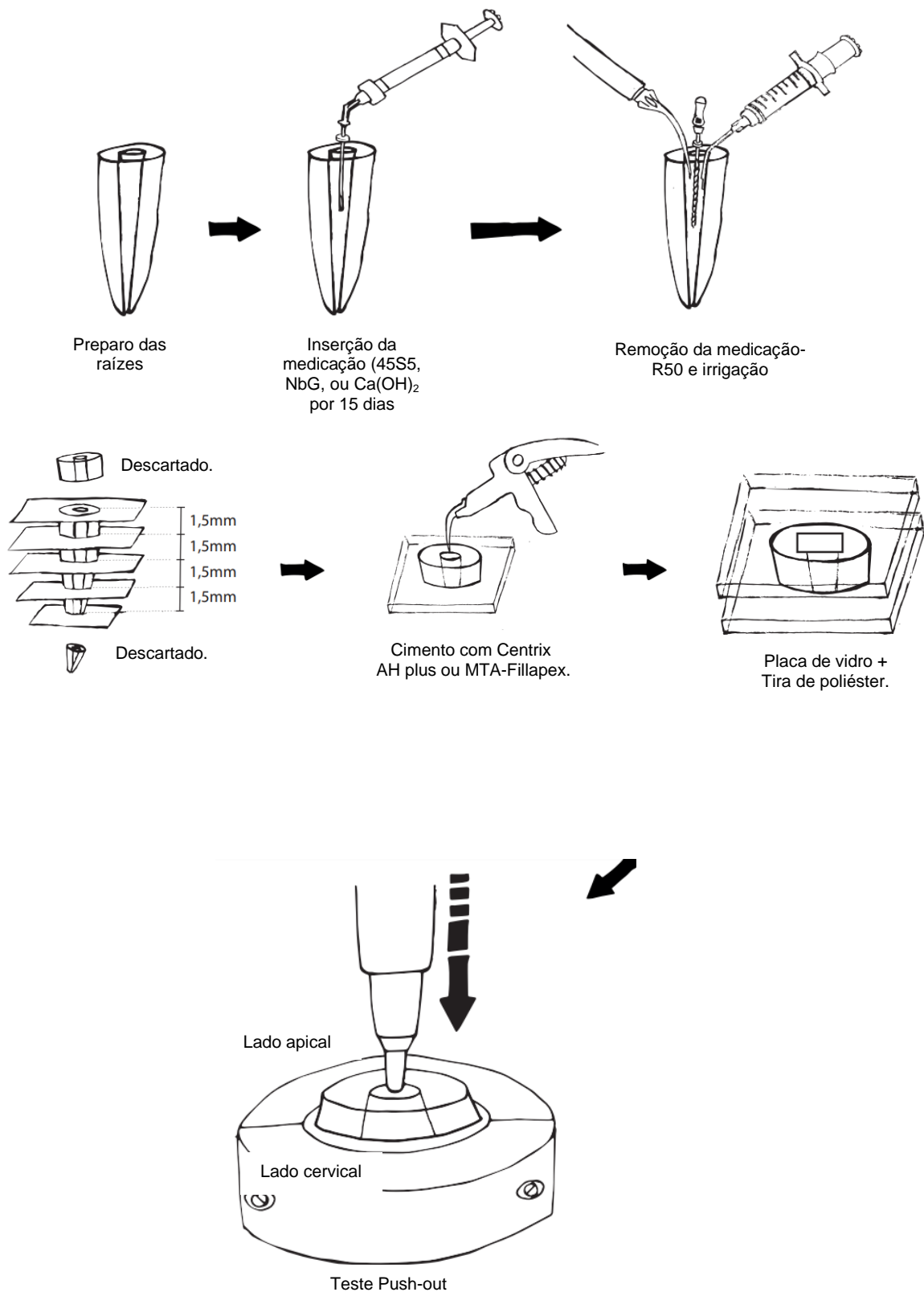


Fig. 14 - Esquema Ilustrativo.

## ANEXO 2: PARECER DO COMITÊ DE ÉTICA



### PARECER CONSUBSTANCIADO DO CEP

#### DADOS DO PROJETO DE PESQUISA

**Título da Pesquisa:** Influência de diferentes tipos de medicação intracanal na resistência de união de um cimento à base de MTA

**Pesquisador:** Geol Nunes Carvalho

**Área Temática:**

**Versão:** 1

**CAAE:** 44282215.1.0000.5084

**Instituição Proponente:** Centro Universitário do Maranhão - UNICEUMA

**Patrocinador Principal:** Financiamento Próprio

#### DADOS DO PARECER

**Número do Parecer:** 1.066.954

**Data da Relatoria:** 28/04/2015

#### Apresentação do Projeto:

Para o sucesso da terapia endodôntica, a obturação dos sistemas de canais radiculares de forma eficiente é de suma importância. Dessa forma os materiais obturadores devem primar pela adesividade no intuito de impedir a contaminação ou recontaminação bacteriana, tanto pela via apical, quanto pela cervical. Todavia, acredita-se que substâncias utilizadas durante a medicação intracanal podem interferir num correto selamento e impermeabilização da obturação endodôntica. Atualmente não há estudos que avaliem a influência de vidros bioativos, usados recentemente como uma alternativa à medicação intracanal à base de hidróxido de cálcio, na resistência de união de cimentos endodônticos, dessa forma, o objetivo deste estudo é avaliar a influência de diferentes tipos de medicação intracanal na resistência de união de um cimento à base de MTA e um cimento à base de resina epóxica à dentina radicular humana nos diferentes terços radiculares e posteriormente avaliar os padrões de fratura da interface dentina/obturação com auxílio de microscopia eletrônica de varredura.

**Endereço:** DOS CASTANHEIROS  
**Cidade:** JARDIM RENASCENÇA **CEP:** 65.075-120  
**UF:** MA **Município:** SÃO LUIS  
**Telefone:** (98)3214-6205 **Fax:** (98)3214-4212 **E-mail:** cep@uniceuma.br

Página 01 de 02



Confirmação do Parecer: 1.086.064

**Objetivo da Pesquisa:**

Avaliar a influência do tipo de medicação intracanal na resistência de união de um cimento à base de MTA e um cimento à base de resina epóxica à dentina radicular humana nos diferentes terços radiculares e posteriormente serão avaliados os padrões de fratura da interface dentina/obturação com auxílio de microscopia eletrônica de varredura.

**Avaliação dos Riscos e Benefícios:**

Para a realização da pesquisa serão doados 80 dentes, acondicionados em frasco único, sendo impossível a identificação dos mesmos.

**Comentários e Considerações sobre a Pesquisa:**

Após aprovação do protocolo de pesquisa no Comitê de Ética em Pesquisa do UNICEUMA serão selecionados 80 dentes pré-molares inferiores extraídos por razões diversas, portadores de canal único e ápices completamente formados. Os espécimes serão submetidos ao exame radiográfico pela técnica periapical para constatar a presença de um único canal radicular, ausência de qualquer sinal de calcificação difusa ou localizada, reabsorção interna ou tratamento endodôntico prévio. Será removido o material orgânico da superfície radicular, reidratados e mantidos em solução fisiológica estéril (Cloreto de sódio 0,9%, Aster Produtos Médicos Ltda., Sorocaba, SP, Brasil) por 72 horas em estufa a 37°C.

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

Todos os documentos exigidos foram apresentados

**Recomendações:**

Nenhuma

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

Projeto aprovado

**Situação do Parecer:**

Aprovado

**Necessita Aprovação da CONEP:**

Não

**Considerações Finais e critério do CEP:**

Endereço: DQS CASTANHEIROS  
Bairro: JARDIM RENASCENÇA CEP: 65.075-120  
UF: MA Município: SÃO LUIS  
Telefone: (98)3214-4209 Fax: (98)3214-4212 E-mail: cep@unuma.br

## ANEXO 3– NORMAS DA REVISTA: MATERIALS

### Instructions for Authors

- [Manuscript Submission Overview](#)
- [Manuscript Preparation](#)
- [Preparing Figures, Schemes and Tables](#)
- [Supplementary Materials, Data Deposit and Software Source Code](#)
- [Research and Publication Ethics](#)
- [Reviewer Suggestions](#)
- [English Corrections](#)
- [Preprints and Conference Papers](#)
- [Authorship](#)
- [Editorial Procedures and Peer-Review](#)

### Submission Checklist

1. read the [Aims & Scope](#) to gain an overview and assess if your manuscript is suitable for this journal;
2. use the [Microsoft Word template](#) or [LaTeX template](#) to prepare your manuscript;
3. make sure that issues about [publication ethics](#), [copyright](#), [authorship](#), [figure formats](#), [data](#) and [references format](#) have been appropriately considered;
4. ensure that all authors have approved the content of the submitted manuscript.

### Manuscript Submission Overview

#### Types of Publications

*Materials* has no restrictions on the length of manuscripts, provided that the text is concise and comprehensive. Full experimental details must be provided so that the results can be reproduced. *Materials* requires that authors publish all experimental controls and make full datasets available where possible (see the guidelines on [Supplementary Materials](#) and references to unpublished data).

Manuscripts submitted to *Materials* should neither been published before nor be under consideration for publication in another journal. The main article types are as follows:

- *Articles*: Original research manuscripts. The journal considers all original research manuscripts provided that the work reports scientifically sound experiments and provides a substantial amount of new information. Authors should not unnecessarily divide their work into several related manuscripts, although Short *Communications* of preliminary, but significant, results will be considered. Quality and impact of the study will be considered during peer review.
- *Reviews*: These provide concise and precise updates on the latest progress made in a given area of research. Systematic reviews should follow the PRISMA [guidelines](#).

#### Submission Process

Manuscripts for *Materials* should be submitted online at [susy.mdpi.com](http://susy.mdpi.com) The submitting author, who is generally the corresponding author, is responsible for the

manuscript during the submission and peer-review process. The submitting author must ensure that all eligible co-authors have been included in the author list (read the [criteria to qualify for authorship](#)) and that they have all read and approved the submitted version of the manuscript. To submit your manuscript, register and log in to the [submission website](#). Once you have registered, [click here to go to the submission form for Materials](#). All co-authors can see the manuscript details in the submission system, if they register and log in using the e-mail address provided during manuscript submission.

### Accepted File Formats

Authors must use the [Microsoft Word template](#) or [LaTeX template](#) to prepare their manuscript. Using the template file will substantially shorten the time to complete copy-editing and publication of accepted manuscripts. The total amount of data for all files must not exceed 120 MB. If this is a problem, please contact the editorial office [materials@mdpi.com](mailto:materials@mdpi.com). Accepted file formats are:

- *Microsoft Word*: Manuscripts prepared in Microsoft Word must be converted into a single file before submission. When preparing manuscripts in Microsoft Word, the [Materials Microsoft Word template file](#) must be used. Please insert your graphics (schemes, figures, etc.) in the main text after the paragraph of its first citation.
- *LaTeX*: Manuscripts prepared in LaTeX must be collated into one ZIP folder (include all source files and images, so that the Editorial Office can recompile the submitted PDF). When preparing manuscripts in LaTeX, please use the [Materials LaTeX template files](#). You can now also use the online application [writeLaTeX](#) to submit articles directly to *Materials*. The MDPI LaTeX template file should be selected from the [writeLaTeX template gallery](#).
- *Supplementary files*: May be any format, but it is recommended that you use common, non-proprietary formats where possible (see [below](#) for further details).

### Cover Letter

A cover letter must be included with each manuscript submission. It should be concise and explain why the content of the paper is significant, placing the findings in the context of existing work and why it fits the scope of the journal. Confirm that neither the manuscript nor any parts of its content are currently under consideration or published in another journal. Any prior submissions of the manuscript to MDPI journals must be acknowledged. The names of proposed and excluded reviewers should be provided in the submission system, not in the cover letter.

### Note for Authors Funded by the National Institutes of Health (NIH)

This journal automatically deposits papers to PubMed Central after publication of an issue. Authors do not need to separately submit their papers through the NIH Manuscript Submission System (NIHMS, <http://nihms.nih.gov/>).

## Manuscript Preparation

### General Considerations

- **Research manuscripts** should comprise:
  - [Front matter](#): Title, Author list, Affiliations, Abstract, Keywords

- **Research manuscript sections:** Introduction, Results, Discussion, Materials and Methods, Conclusions (optional).
- **Back matter:** Supplementary Materials, Acknowledgments, Author Contributions, Conflicts of Interest, [References](#).
- **Review manuscripts** should comprise the [front matter](#), literature review sections and the [back matter](#). The template file can also be used to prepare the front and back matter of your review manuscript. It is not necessary to follow the remaining structure. Structured reviews and meta-analyses should use the same structure as research articles and ensure they conform to the [PRISMA](#) guidelines.
- **Graphical abstract:** Authors are encouraged to provide a graphical abstract as a self-explanatory image to appear alongside with the text abstract in the Table of Contents. Figures should be a high quality image in any common image format. Note that images displayed online will be up to 11 by 9 cm on screen and the figure should be clear at this size.
- **Abbreviations** should be defined in parentheses the first time they appear in the abstract, main text, and in figure or table captions and used consistently thereafter.
- **SI Units** (International System of Units) should be used. Imperial, US customary and other units should be converted to SI units whenever possible
- **Equations:** If you are using Word, please use either the Microsoft Equation Editor or the MathType add-on. Equations should be editable by the editorial office and not appear in a picture format.
- **Research Data and supplementary materials:** Note that publication of your manuscript implies that you must make all materials, data, and protocols associated with the publication available to readers. Disclose at the submission stage any restrictions on the availability of materials or information. Read the information about [Supplementary Materials](#) and Data Deposit for additional guidelines.
- **Preregistration:** Where authors have preregistered studies or analysis plans, links to the preregistration must be provided in the manuscript.
- **Guidelines and standards:** MDPI follows standards and guidelines for certain types of research. See [https://www.mdpi.com/editorial\\_process](https://www.mdpi.com/editorial_process) for further information.

## Front Matter

These sections should appear in all manuscript types

- **Title:** The title of your manuscript should be concise, specific and relevant. It should identify if the study reports (human or animal) trial data, or is a systematic review, meta-analysis or replication study.
- **Author List and Affiliations:** Authors' full first and last names must be provided. The initials of any middle names can be added. The PubMed/MEDLINE standard format is used for affiliations: complete address information including city, zip code, state/province, and country. At least one author should be designated as corresponding author, and his or her email address and other details should be included at the end of the affiliation section. Please read the [criteria to qualify for authorship](#).
- **Abstract:** The abstract should be a total of about 200 words maximum. The abstract should be a single paragraph and should follow the style of



structured abstracts, but without headings: 1) Background: Place the question addressed in a broad context and highlight the purpose of the study; 2) Methods: Describe briefly the main methods or treatments applied. Include any relevant preregistration numbers, and species and strains of any animals used. 3) Results: Summarize the article's main findings; and 4) Conclusion: Indicate the main conclusions or interpretations. The abstract should be an objective representation of the article: it must not contain results which are not presented and substantiated in the main text and should not exaggerate the main conclusions.

- **Keywords:** Three to ten pertinent keywords need to be added after the abstract. We recommend that the keywords are specific to the article, yet reasonably common within the subject discipline.

### Research Manuscript Sections

- **Introduction:** The introduction should briefly place the study in a broad context and highlight why it is important. It should define the purpose of the work and its significance, including specific hypotheses being tested. The current state of the research field should be reviewed carefully and key publications cited. Please highlight controversial and diverging hypotheses when necessary. Finally, briefly mention the main aim of the work and highlight the main conclusions. Keep the introduction comprehensible to scientists working outside the topic of the paper.
- **Results:** Provide a concise and precise description of the experimental results, their interpretation as well as the experimental conclusions that can be drawn.
- **Discussion:** Authors should discuss the results and how they can be interpreted in perspective of previous studies and of the working hypotheses. The findings and their implications should be discussed in the broadest context possible and limitations of the work highlighted. Future research directions may also be mentioned. This section may be combined with Results.
- **Materials and Methods:** They should be described with sufficient detail to allow others to replicate and build on published results. New methods and protocols should be described in detail while well-established methods can be briefly described and appropriately cited. Give the name and version of any software used and make clear whether computer code used is available. Include any pre-registration codes.
- **Conclusions:** This section is not mandatory, but can be added to the manuscript if the discussion is unusually long or complex.
- **Patents:** This section is not mandatory, but may be added if there are patents resulting from the work reported in this manuscript.

### Back Matter

- **Supplementary Materials:** Describe any supplementary material published online alongside the manuscript (figure, tables, video, spreadsheets, etc.). Please indicate the name and title of each element as follows Figure S1: title, Table S1: title, etc.
- **Acknowledgments:** All sources of funding of the study should be disclosed. Clearly indicate grants that you have received in support of your research work and if you received funds to cover publication costs. Note that some funders will not refund article processing charges (APC) if the

funder and grant number are not clearly and correctly identified in the paper. Funding information can be entered separately into the submission system by the authors during submission of their manuscript. Such funding information, if available, will be deposited to [FundRef](#) if the manuscript is finally published.

- **Author Contributions:** Each author is expected to have made substantial contributions to the conception or design of the work; or the acquisition, analysis, or interpretation of data; or the creation of new software used in the work; or have drafted the work or substantively revised it; AND has approved the submitted version (and version substantially edited by journal staff that involves the author's contribution to the study); AND agrees to be personally accountable for the author's own contributions and for ensuring that questions related to the accuracy or integrity of any part of the work, even ones in which the author was not personally involved, are appropriately investigated, resolved, and documented in the literature. For research articles with several authors, a short paragraph specifying their individual contributions must be provided. The following statements should be used "Conceptualization, X.X. and Y.Y.; Methodology, X.X.; Software, X.X.; Validation, X.X., Y.Y. and Z.Z.; Formal Analysis, X.X.; Investigation, X.X.; Resources, X.X.; Data Curation, X.X.; Writing – Original Draft Preparation, X.X.; Writing – Review & Editing, X.X.; Visualization, X.X.; Supervision, X.X.; Project Administration, X.X.; Funding Acquisition, Y.Y.", please turn to the [CRediT taxonomy](#) for the term explanation. For more background on CRediT, see [here](#). **"Authorship must include and be limited to those who have contributed substantially to the work. Please read the section concerning the [criteria to qualify for authorship](#) carefully".**
- **Conflicts of Interest:** Authors must identify and declare any personal circumstances or interest that may be perceived as inappropriately influencing the representation or interpretation of reported research results. If there is no conflict of interest, please state "The authors declare no conflict of interest." Any role of the funding sponsors in the choice of research project; design of the study; in the collection, analyses or interpretation of data; in the writing of the manuscript; or in the decision to publish the results must be declared in this section. *Materials* does not publish studies funded by the tobacco industry. Any projects funded by pharmaceutical or food industries must pay special attention to the full declaration of funder involvement. If there is no role, please state "The sponsors had no role in the design, execution, interpretation, or writing of the study".
- **References:** References must be numbered in order of appearance in the text (including table captions and figure legends) and listed individually at the end of the manuscript. We recommend preparing the references with a bibliography software package, such as [EndNote](#), [ReferenceManager](#) or [Zotero](#) to avoid typing mistakes and duplicated references. We encourage citations to data, computer code and other citable research material. If available online, you may use reference style 9. below.
- Citations and References in Supplementary files are permitted provided that they also appear in the main text and in the reference list.

In the text, reference numbers should be placed in square brackets [ ], and placed before the punctuation; for example [1], [1–3] or [1,3]. For embedded citations in the text with pagination, use both parentheses and brackets to indicate the reference number and page numbers; for example [5] (p. 10). or [6] (pp. 101–105).

The reference list should include the full title, as recommended by the ACS style guide. Style files for [Endnote](#) and [Zotero](#) are available.

References should be described as follows, depending on the type of work:

- Journal Articles:  
1. Author 1, A.B.; Author 2, C.D. Title of the article. *Abbreviated Journal Name* **Year**, *Volume*, page range.
- Books and Book Chapters:  
2. Author 1, A.; Author 2, B. *Book Title*, 3rd ed.; Publisher: Publisher Location, Country, Year; pp. 154–196.  
3. Author 1, A.; Author 2, B. Title of the chapter. In *Book Title*, 2nd ed.; Editor 1, A., Editor 2, B., Eds.; Publisher: Publisher Location, Country, Year; Volume 3, pp. 154–196.
- Unpublished work, submitted work, personal communication:  
4. Author 1, A.B.; Author 2, C. Title of Unpublished Work. status (unpublished; manuscript in preparation).  
5. Author 1, A.B.; Author 2, C. Title of Unpublished Work. *Abbreviated Journal Name* stage of publication (under review; accepted; in press).  
6. Author 1, A.B. (University, City, State, Country); Author 2, C. (Institute, City, State, Country). Personal communication, Year.
- Conference Proceedings:  
7. Author 1, A.B.; Author 2, C.D.; Author 3, E.F. Title of Presentation. In *Title of the Collected Work* (if available), Proceedings of the Name of the Conference, Location of Conference, Country, Date of Conference; Editor 1, Editor 2, Eds. (if available); Publisher: City, Country, Year (if available); Abstract Number (optional), Pagination (optional).
- Thesis:  
8. Author 1, A.B. Title of Thesis. Level of Thesis, Degree-Granting University, Location of University, Date of Completion.
- Websites:  
9. Title of Site. Available online: URL (accessed on Day Month Year). Unlike published works, websites may change over time or disappear, so we encourage you create an archive of the cited website using a service such as [WebCite](#). Archived websites should be cited using the link provided as follows:  
10. Title of Site. URL (archived on Day Month Year).  
See the [Reference List and Citations Guide](#) for more detailed information.

## Preparing Figures, Schemes and Tables

- File for Figures and Schemes must be provided during submission in a single zip archive and at a sufficiently high resolution (minimum 1000 pixels width/height, or a resolution of 300 dpi or higher). Common formats are accepted, however, TIFF, JPEG, EPS and PDF are preferred.
- *Materials* can publish multimedia files in articles or as supplementary materials. Please contact the editorial office for further information.
- All Figures, Schemes and Tables should be inserted into the main text close to their first citation and must be numbered following their number of appearance (Figure 1, Scheme I, Figure 2, Scheme II, Table 1, *etc.*).
- All Figures, Schemes and Tables should have a short explanatory title and caption.
- All table columns should have an explanatory heading. To facilitate the copy-editing of larger tables, smaller fonts may be used, but no less than 8 pt. in size. Authors should use the Table option of Microsoft Word to create tables.

- Authors are encouraged to prepare figures and schemes in color (RGB at 8-bit per channel). There is no additional cost for publishing full color graphics.

## **Supplementary Materials, Data Deposit and Software Source Code**

### *Data Availability*

In order to maintain the integrity, transparency and reproducibility of research records, authors must make their experimental and research data openly available either by depositing into data repositories or by publishing the data and files as supplementary information in this journal.

### *Computer Code and Software*

For work where novel computer code was developed, authors should release the code either by depositing in a recognized, public repository or uploading as supplementary information to the publication. The name and version of all software used should be clearly indicated.

### *Supplementary Material*

Additional data and files can be uploaded as "Supplementary Files" during the manuscript submission process. The supplementary files will also be available to the referees as part of the peer-review process. Any file format is acceptable, however we recommend that common, non-proprietary formats are used where possible.

### *Unpublished Data*

Restrictions on data availability should be noted during submission and in the manuscript. "Data not shown" should be avoided: authors are encouraged to publish all observations related to the submitted manuscript as Supplementary Material. "Unpublished data" intended for publication in a manuscript that is either planned, "in preparation" or "submitted" but not yet accepted, should be cited in the text and a reference should be added in the References section. "Personal Communication" should also be cited in the text and reference added in the References section. (see also the MDPI reference list and citations style guide).

### *Remote Hosting and Large Data Sets*

Data may be deposited with specialized service providers or institutional/subject repositories, preferably those that use the DataCite mechanism. Large data sets and files greater than 60 MB must be deposited in this way. For a list of other repositories specialized in scientific and experimental data, please consult [databib.org](http://databib.org) or [re3data.org](http://re3data.org). The data repository name, link to the data set (URL) and accession number, doi or handle number of the data set must be provided in the paper. The journal [Data](#) also accepts submissions of data set papers.

### *References in Supplementary Files*

Citations and References in Supplementary files are permitted provided that they also appear in the reference list of the main text.

## **Research and Publication Ethics**

### **Research Ethics**

### **Research Involving Human Subjects**

When reporting on research that involves human subjects, human material, human tissues, or human data, authors must declare that the investigations were carried out following the rules of the Declaration of Helsinki of 1975 (<https://www.wma.net/what-we-do/medical-ethics/declaration-of-helsinki/>), revised in 2013. According to point 23 of this declaration, an approval from an ethics committee should have been obtained before undertaking the research. At a minimum, a statement including the project identification code, date of approval, and name of the ethics committee or institutional review board should be cited in the Methods Section of the article. Data relating to individual participants must be described in detail, but private information identifying participants need not be included unless the identifiable materials are of relevance to the research (for example, photographs of participants' faces that show a particular symptom). Editors reserve the right to reject any submission that does not meet these requirements.

Example of an ethical statement: "All subjects gave their informed consent for inclusion before they participated in the study. The study was conducted in accordance with the Declaration of Helsinki, and the protocol was approved by the Ethics Committee of XXX (Project identification code)."

A written informed consent for publication must be obtained from participating patients who can be identified (including by the patients themselves). Patients' initials or other personal identifiers must not appear in any images. For manuscripts that include any case details, personal information, and/or images of patients, authors must obtain signed informed consent from patients (or their relatives/guardians) before submitting to an MDPI journal. Patient details must be anonymized as far as possible, e.g., do not mention specific age, ethnicity, or occupation where they are not relevant to the conclusions. A [template permission form](#) is available to download. A blank version of the form used to obtain permission (without the patient names or signature) must be uploaded with your submission.

You may refer to our [sample form](#) and provide an appropriate form after consulting with your affiliated institution. Alternatively, you may provide a detailed justification of why informed consent is not necessary. For the purposes of publishing in MDPI journals, a consent, permission, or release form should include unlimited permission for publication in all formats (including print, electronic, and online), in sublicensed and reprinted versions (including translations and derived works), and in other works and products under open access license. To respect patients' and any other individual's privacy, please do not send signed forms. The journal reserves the right to ask authors to provide signed forms if necessary.

### **Research Involving Cell Lines**

Methods sections for submissions reporting on research with cell lines should state the origin of any cell lines. For established cell lines the provenance should be stated and references must also be given to either a published paper or to a commercial source. If previously unpublished *de novo* cell lines were used, including those gifted from another laboratory, details of institutional review board or ethics committee approval must be given, and confirmation of written informed consent must be provided if the line is of human origin.

An example of Ethical Statements:

The HCT116 cell line was obtained from XXXX. The MLH1<sup>+</sup> cell line was provided by XXXXX, Ltd. The DLD-1 cell line was obtained from Dr. XXXX. The DR-GFP and SA-GFP reporter plasmids were obtained from Dr. XXX and the Rad51K133A expression vector was obtained from Dr. XXXX.

### **Publication Ethics Statement**

*Materials* is a member of the Committee on Publication Ethics ([COPE](#)). We fully adhere to its [Code of Conduct](#) and to its [Best Practice Guidelines](#).

The editors of this journal enforce a rigorous peer-review process together with strict ethical policies and standards to ensure to add high quality scientific works to the field of scholarly publication. Unfortunately, cases of plagiarism, data falsification, image manipulation, inappropriate authorship credit, and the like, do arise. The editors of *Materials* take such publishing ethics issues very seriously and are trained to proceed in such cases with a zero tolerance policy.

Authors wishing to publish their papers in *Materials* must abide to the following:

- Any facts that might be perceived as a possible conflict of interest of the author(s) must be disclosed in the paper prior to submission.
- Authors should accurately present their research findings and include an objective discussion of the significance of their findings.
- Data and methods used in the research need to be presented in sufficient detail in the paper, so that other researchers can replicate the work.
- Raw data should preferably be publicly deposited by the authors before submission of their manuscript. Authors need to at least have the raw data readily available for presentation to the referees and the editors of the journal, if requested. Authors need to ensure appropriate measures are taken so that raw data is retained in full for a reasonable time after publication.
- Simultaneous submission of manuscripts to more than one journal is not tolerated.
- Republishing content that is not novel is not tolerated (for example, an English translation of a paper that is already published in another language will not be accepted).
- If errors and inaccuracies are found by the authors after publication of their paper, they need to be promptly communicated to the editors of this journal so that appropriate actions can be taken. Please refer to our [policy regarding publication of publishing addenda and corrections](#).
- Your manuscript should not contain any information that has already been published. If you include already published figures or images, please obtain the necessary permission from the copyright holder to publish under the CC-BY license. For further information, see the [Rights and Permissions](#) page.
- Plagiarism, data fabrication and image manipulation are not tolerated.

- **Plagiarism is not acceptable** in *Materials* submissions.

Plagiarism includes copying text, ideas, images, or data from another source, even from your own publications, without giving any credit to the original source.

Reuse of text that is copied from another source must be between quotes and the original source must be cited. If a study's design or the manuscript's structure or language has been inspired by previous works, these works must be explicitly cited.

If plagiarism is detected during the peer review process, the manuscript may be rejected. If plagiarism is detected after publication, we may publish a correction or retract the paper.

- **Image files must not be manipulated or adjusted in any way** that could lead to misinterpretation of the information provided by the original image.

Irregular manipulation includes: 1) introduction, enhancement, moving, or removing features from the original image; 2) grouping of images that should obviously be presented separately (e.g., from different parts of the same gel, or from different gels); or 3) modifying the contrast, brightness or color balance to obscure, eliminate or enhance some information.

If irregular image manipulation is identified and confirmed during the peer review process, we may reject the manuscript. If irregular image manipulation is identified and confirmed after publication, we may correct or retract the paper.

Our in-house editors will investigate any allegations of publication misconduct and may contact the authors' institutions or funders if necessary. If evidence of misconduct is found, appropriate action will be taken to correct or retract the publication. Authors are expected to comply with the best ethical publication practices when publishing with MDPI.

## Reviewer Suggestions

During the submission process, please suggest three potential reviewers with the appropriate expertise to review the manuscript. The editors will not necessarily approach these referees. Please provide detailed contact information (address, homepage, phone, e-mail address). The proposed referees should neither be current collaborators of the co-authors nor have published with any of the co-authors of the manuscript within the last five years. Proposed reviewers should be from different institutions to the authors. You may identify appropriate Editorial Board members of the journal as potential reviewers. You may suggest reviewers from among the authors that you frequently cite in your paper.

[\[Return to top\]](#)

## English Corrections

To facilitate proper peer-reviewing of your manuscript, it is essential that it is submitted in grammatically correct English. Advice on some specific language points can be found [here](#).

If you are not a native English speaker, we recommend that you have your manuscript professionally edited before submission or read by a native English-speaking colleague. This can be carried out by MDPI's [English editing service](#). Professional editing will enable reviewers and future readers to more easily read and assess the content of submitted manuscripts. All accepted manuscripts undergo language editing, however **an additional fee will be charged** to authors if very extensive English corrections must be made by the Editorial Office: pricing is according to the service [here](#).

[\[Return to top\]](#)

## Preprints and Conference Papers

*Materials* accepts articles that have previously been made available as preprints provided that they have not undergone peer review. A preprint is a draft version of a paper made available online before submission to a journal.

MDPI operates [Preprints](#), a preprint server to which submitted papers can be uploaded directly after completing journal submission. Note that *Preprints* operates independently of the journal and posting a preprint does not affect the peer review process. Check the *Preprints* [instructions for authors](#) for further information.

Expanded and high quality conference papers can be considered as articles if they fulfil the following requirements: (1) the paper should be expanded to the size of a research article; (2) the conference paper should be cited and noted on the first page of the paper; (3) if the authors do not hold the copyright of the published conference paper, authors should seek the appropriate permission from the copyright holder; (4) authors are asked to disclose that it is conference paper in their cover letter and include a statement on what has been changed compared to the original conference paper. *Materials* does not publish pilot studies or studies with inadequate statistical power.

## Authorship

MDPI follows the International Committee of Medical Journal Editors ([ICMJE](#)) guidelines which state that, in order to qualify for authorship of a manuscript, the following criteria should be observed:

- Substantial contributions to the conception or design of the work; or the acquisition, analysis, or interpretation of data for the work; AND
- Drafting the work or revising it critically for important intellectual content; AND
- Final approval of the version to be published; AND
- Agreement to be accountable for all aspects of the work in ensuring that questions related to the accuracy or integrity of any part of the work are appropriately investigated and resolved.

Those who contributed to the work but do not qualify for authorship should be listed in the acknowledgements. More detailed guidance on authorship is given by the [International Council of Medical Journal Editors \(ICMJE\)](#).

Any change to the author list should be approved by all authors including any who have been removed from the list. The corresponding author should act as a point of contact between the editor and the other authors and should keep co-authors informed and involve them in major decisions about the publication. We reserve the right to request confirmation that all authors meet the authorship conditions.

## Reviewers Recommendation

Authors can recommend potential reviewers. Journal editors will check to make sure there are no conflict of interests before contacting those reviewers, and will not consider those with competing interests. Reviewers are asked to declare any conflicts of interest. Authors can also enter the names of potential peer reviewers they wish to exclude from consideration in the peer review of their manuscript, during the initial submission progress. The editorial team will respect these requests so long as this does not interfere with the objective and thorough assessment of the submission.

## Editors and Journal Staff as Authors

Editorial independence is extremely important and MDPI does not interfere with editorial decisions.



Editorial staff or editors shall not be involved in the processing their own academic work. Submissions authored by editorial staff/editors will be assigned to at least two independent outside reviewers. Decisions will be made by other editorial board members who do not have conflict of interests with the author. Journal staff are not involved in the processing of their own work submitted to any MDPI journals.

## **Conflict of Interests**

According to The International Committee of Medical Journal Editors, “Authors should avoid entering into agreements with study sponsors, both for-profit and non-profit, that interfere with authors’ access to all of the study’s data or that interfere with their ability to analyze and interpret the data and to prepare and publish manuscripts independently when and where they choose.”

Authors must identify and declare any personal circumstances or interest that may be perceived as inappropriately influencing the representation or interpretation of reported research results. If there is no conflict of interest, please state “The authors declare no conflict of interest.” Any role of the funding sponsors in the design of the study; in the collection, analyses or interpretation of data; in the writing of the manuscript; or in the decision to publish the results must be declared in this section. If there is no role, please state “The founding sponsors had no role in the design of the study; in the collection, analyses, or interpretation of data; in the writing of the manuscript, and in the decision to publish the results”.

## **Editorial Procedures and Peer-Review**

### *Initial Checks*

All submitted manuscripts received by the Editorial Office will be checked by a professional in-house *Managing Editor* to determine whether they are properly prepared and whether they follow the ethical policies of the journal. Manuscripts that do not fit the journal's ethics policy or do not meet the standards of the journal will be rejected before peer-review. Manuscripts that are not properly prepared will be returned to the authors for revision and resubmission. After these checks, the *Managing Editor* will consult the journals’ *Editor-in-Chief* or *Associate Editors* to determine whether the manuscript fits the scope of the journal and whether it is scientifically sound. No judgment on the potential impact of the work will be made at this stage. Reject decisions at this stage will be verified by the *Editor-in-Chief*.

### *Peer-Review*

Once a manuscript passes the initial checks, it will be assigned to at least two independent experts for peer-review. A single-blind review is applied, where authors’ identities are known to reviewers. Peer review comments are confidential and will only be disclosed with the express agreement of the reviewer.

In the case of regular submissions, in-house assistant editors will invite experts, including recommendations by an academic editor. These experts may also include *Editorial Board members* and Guest Editors of the journal. Potential reviewers suggested by the authors may also be considered. Reviewers should not have published with any of the co-authors during the past five years and should not currently work or collaborate with any of the institutions of the co-authors of the submitted manuscript.

### *Optional Open Peer-Review*

The journal operates optional open peer-review: *Authors are given the option for all review reports and editorial decisions to be published alongside their manuscript. In addition, reviewers can sign their review, i.e., identify themselves in the published review reports.* Authors can alter their choice for open review at any time

before publication, however once the paper has been published changes will only be made at the discretion of the *Publisher* and *Editor-in-Chief*. We encourage authors to take advantage of this opportunity as proof of the rigorous process employed in publishing their research. To guarantee an impartial refereeing the names of referees will be revealed only if the referees agree to do so, and after a paper has been accepted for publication.

#### *Editorial Decision and Revision*

All the articles, reviews and communications published in MDPI journals go through the peer-review process and receive at least two reviews. The in-house editor will communicate the decision of the academic editor, which will be one of the following:

- *Accept after Minor Revisions:*  
The paper is in principle accepted after revision based on the reviewer's comments. Authors are given five days for minor revisions.
- *Reconsider after Major Revisions:*  
The acceptance of the manuscript would depend on the revisions. The author needs to provide a point by point response or provide a rebuttal if some of the reviewer's comments cannot be revised. Usually, only one round of major revisions is allowed. Authors will be asked to resubmit the revised paper within a suitable time frame, and the revised version will be returned to the reviewer for further comments.
- *Reject and Encourage Resubmission:*  
If additional experiments are needed to support the conclusions, the manuscript will be rejected and the authors will be encouraged to re-submit the paper once further experiments have been conducted.
- *Reject:*  
The article has serious flaws, and/or makes no original significant contribution. No offer of resubmission to the journal is provided.

All reviewer comments should be responded to in a point-by-point fashion. Where the authors disagree with a reviewer, they must provide a clear response.

#### *Author Appeals*

Authors may appeal a rejection by sending an e-mail to the Editorial Office of the journal. The appeal must provide a detailed justification, including point-by-point responses to the reviewers' and/or Editor's comments. The *Managing Editor* of the journal will forward the manuscript and related information (including the identities of the referees) to the Editor-in-Chief, Associate Editor, or Editorial Board member. The academic Editor being consulted will be asked to give an advisory recommendation on the manuscript and may recommend acceptance, further peer-review, or uphold the original rejection decision. A reject decision at this stage is final and cannot be reversed.

In the case of a special issue, the *Managing Editor* of the journal will forward the manuscript and related information (including the identities of the referees) to the *Editor-in-Chief* who will be asked to give an advisory recommendation on the manuscript and may recommend acceptance, further peer-review, or uphold the original rejection decision. A reject decision at this stage will be final and cannot be reversed.

#### *Production and Publication*

Once accepted, the manuscript will undergo professional copy-editing, English editing, proofreading by the authors, final corrections, pagination, and, publication on the [www.mdpi.com](http://www.mdpi.com) website.