

UNIVERSIDADE DO EXTREMO SUL CATARINENSE
CURSO DE GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA

ELEN BARDINI DE LAVECHIA
REBECA ROSADO DE ARAÚJO

O USO DO POLIETILENOGLICOL NA MANIPULAÇÃO E TEMPO DE PRESA
DO SILICATO TRICÁLCICO

CRICIÚMA/SC

2021

ELEN BARDINI DE LAVECHIA
REBECA ROSADO DE ARAÚJO

**O USO DO POLIETILENOGLICOL NA MANIPULAÇÃO E TEMPO DE PRESA
DO SILICATO TRICÁLCICO**

Trabalho de Conclusão de Curso
apresentado à banca examinadora
da Universidade do Extremo Sul
Catarinense (UNESC).

Orientador Prof.Ma.Anarela Bernardi
Vassen

CRICIÚMA/SC

2021

BANCA EXAMINADORA

Prof. Anarela Bernardi Vassen - Professora do Curso de Odontologia da Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, Rio Grande do Sul, Brasil. Doutoranda, Mestra e Especialista em Endodontia. - (Universidade do Extremo Sul Catarinense) – Orientadora.

Prof. Sabrina Arcaro - Professora e pesquisadora do Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais da Universidade do Extremo Sul Catarinense, Criciúma, Santa Catarina, Brasil. Doutora em Ciência e Engenharia de Materiais pela Universidade Federal de Santa Catarina, Mestre em Ciência e Engenharia de Materiais pela Universidade Federal de Santa Catarina.

Prof. Marlowa Marcelino Crema - Professora do Curso de Graduação e Pós-graduação em Odontologia da Universidade do Extremo Sul Catarinense, Criciúma, Santa Catarina, Brasil. Doutoranda, Mestra e Especialista em Endodontia - (Universidade do Extremo Sul Catarinense).

Prof. Karina Marcon Mezzari - Professora do Curso de Graduação em Odontologia da Universidade do Extremo Sul Catarinense, Criciúma, Santa Catarina, Brasil. Mestre em Saúde Coletiva pela Universidade do Extremo Sul Catarinense, Especialista em Endodontia pela ABO-RS, Especialista em Saúde Coletiva (Residência multiprofissional em atenção básica / saúde coletiva - Universidade do Extremo Sul Catarinense).

ARTIGO: VERSÃO EM PORTUGUÊS**O USO DO POLIETILENOGLICOL NA MANIPULAÇÃO E NO TEMPO DE
PRESA DO SILICATO TRICÁLCICO**

*USE OF POLYETHYLENEGLYCOL IN THE HANDLING AND SETTING
TIME OF TRICALCUM SILICATE*

Elen Bardini De Lavechia¹
Rebeca Rosado de Araújo²
Anarela Bernardi Vassen³

Área de pesquisa: Endodontia

Endereço para correspondência:

Anarela Bernardi Vassen - Curso de Odontologia –Universidade do Extremo Sul
Catarinense Av. Universitária, 1105 Criciúma – SC – Bairro Universitário CEP –
88806-000 Email: anarela.bernardi@hotmail.com

*Artigo formatado conforme normas da Revista Brasileira de Odontologia
(Formatação versão 2021)

1- Departamento de Endodontia, Faculdade de Odontologia da Universidade Extremo Sul
Catarinense, Criciúma, Santa Catarina, Brasil.

2- Departamento de Endodontia, Faculdade de Odontologia da Universidade Extremo Sul
Catarinense, Criciúma, Santa Catarina, Brasil.

3- Departamento de Endodontia, Faculdade de Odontologia da Universidade Extremo Sul
Catarinense, Criciúma, Santa Catarina, Brasil.

RESUMO

Objetivo: Os cimentos a base de silicato tricálcico (biocerâmicos) estão sendo cada vez mais usados nas terapias endodônticas, devido suas propriedades físico-químicas e biológicas. Esse estudo visa avaliar o uso do polietilenoglicol (PEG) na manipulação e tempo de presa do cimento de silicato tricálcico com diferentes proporções de água e/ou PEG. **Materiais e Métodos:** Os grupos foram divididos: Grupo 1 – Bio-C Sealer™; Grupo 2 - Cimento Experimental a base de silicato tricálcico (CExST) + água; Grupo 3 – CexSt + PEG; Grupo 4 – CexST + água (15%) + PEG (85%). Para avaliar o tempo de endurecimento por armazenamento, os cimentos foram manipulados e colocados em seringas de 1ml. As seringas foram armazenadas em 37 °C e umidade relativa de 95% e avaliadas por até 10 dias e observado o endurecimento/viscosidade visual do material. O tempo de presa foi avaliado de acordo com a Norma ISO 6876:2012 ANSI/ADA Standard nº57. **Resultados:** Dentro da seringa, o Bio C Sealer™, CExST + PEG e o CExST + H₂O 15% + PEG 85% não endureceram, enquanto o CExST + H₂O endureceu dentro de 7 dias. O tempo de presa do Bio C Sealer™ foi de 341,3 minutos, do CExST + H₂O 189,2 minutos, do CExST + PEG 281,4 minutos e o CExST + H₂O 15% + PEG 85% foi de 224,7 minutos. **Conclusão:** O uso do PEG na manipulação do cimento a base de silicato tricálcico proporciona tempo de presa mais prolongado. Além disso, possibilita uma forma de apresentação pronta para uso em seringas plásticas por 10 dias sem sofrer reação de hidratação.

Palavras-chave: Polietilenoglicol; Tempo de presa; Silicato tricálcico; Biocerâmico.

ABSTRACT

Objective: Tricalcium silicate cement (bioceramics) are being increasingly used in endodontic therapies, due to their defined physical and biological properties. This study aims to evaluate the use of polyethylene glycol (PEG) in the handling and setting time of tricalcium silicate cement with different proportions of water and/or PEG. **Materials and Methods:** The groups were divided: Group 1 - Bio C-Sealer™; Group 2 - tricalcium silicate experimental cement (CExST) + water; Group 3 - CExSt + PEG; Group 4 - CExST + water (15%) + PEG (85%). To assess the hardening time for storage, the cements were manipulated and used in 1ml syringes. The syringes were stored at 37 °C and 95% relative humidity and evaluated for up to 10 days and observing the hardening / visual viscosity of the material. Setting time was evaluated in accordance with ISO 6876: 2012 ANSI / ADA Standard No. 57. **Results:** Inside the syringe, Bio C Sealer™, CExST + PEG and CExST + H₂O 15% + PEG 85% did not harden, while CExST + H₂O set within 7 days. The setting time of Bio-C Sealer™ was 341,3 minutes, CExST + H₂O 189,2 minutes, CExST + PEG 281,4 minutes and CExST + H₂O 15% + PEG 85% was 224,7 minutes. **Conclusion:** The use of PEG in the handling of tricalcium silicate cement offers a longer setting time. In addition, it provides a ready-to-use form of presentation in plastic syringes for 10 days without suffering a hydration reaction.

Keywords: Polyethylene glycol; Setting time; Tricalcium silicate; Bioceramic.

INTRODUÇÃO

O tratamento endodôntico visa prevenir ou controlar um processo inflamatório, reduzindo a carga microbiana dentro do sistema de canais¹.

A obturação endodôntica tem por objetivo selar ao máximo os espaços anatômicos radiculares, evitando reinfecções e limitando o crescimento de microorganismos que podem ter sido mantidos após limpeza e modelagem do conduto².

Os materiais de preenchimento frequentemente utilizados na obturação são a guta-percha e o cimento endodôntico³.

Os cimentos endodônticos a base de silicato tricálcico (CST), conhecidos atualmente como biocerâmicos, são a nova geração de cimentos endodônticos obturadores a base de MTA⁴ e despertam o meio científico na busca do cimento endodôntico ideal devido as propriedades bioativas⁵ e de biocompatibilidade^{6,7}. Apresentam-se comercialmente nas formulações: pó e líquido (independentes) manipulados no momento da utilização e a versão pronto para uso⁸ aonde o endurecimento ocorre pela umidade de túbulos dentinários^{8,9,10}.

Entretanto, para obter-se uma forma de apresentação com melhor textura e facilidade de aplicação, muitas pesquisas foram desenvolvidas incorporando outras substâncias para melhorar estas propriedades^{11,12,13,14,15}. Para isto, as novas versões prontas para uso alteraram o tamanho das partículas de silicato e introduziram polímeros na composição¹⁰. Dentre os polímeros utilizados, pode-se citar, por exemplo, o polietilenoglicol (PEG), um polímero de ação dispersante presente no Bio-C Sealer™⁵. Polímeros como o PEG podem melhorar potencialmente as propriedades físico-químicas dos cimentos a base de silicato¹⁶.

O PEG é um polímero de óxido de etileno classificado como seguro, biocompatível^{17,18,19} e já utilizado em cimentos biológicos²⁰. A introdução do PEG altera o espaço e distribuição dos átomos constituintes do cimento, aonde suas cadeias maiores localizadas entre as partículas são capazes de ajudar a manter o comportamento geral de fluência e viscosidade do cimento ²¹.

Diante do exposto, o objetivo deste trabalho é avaliar o uso do PEG na manipulação e tempo de presa do CST experimental com diferentes proporções de PEG.

METODOLOGIA

Os materiais utilizados no estudo incluem:

- Bio-C SealerTM (Angelus, Paraná, Brasil, lote : B23970);
- Cimento Experimental a base de silicato tricálcico (CExST) (Mineral Research Processing, Meyzieu, França);
- Polietilenoglicol (Synth, Diadema, São Paulo, Brasil, lote:199815)

Estudos pilotos foram realizados para obtenção de proporções adequadas de PEG e água, excluindo proporções onde ocorria o endurecimento em 24 horas do material. Desta forma, os grupos estão expostos na Tabela 1 de acordo com os ensaios que foram realizados:

Tabela 1 – Divisão dos grupos experimentais:

GRUPOS	Fase sólida	Fase líquida
1	Bio-C Sealer™	Pronto para uso
2	CExST	Água (385 µl) (100%)
3	CExST	PEG (385 µl) (100%)
4	CExST	Água (58µl – 15%) + PEG (327µl – 85%)

*Proporção para manipular 0,5 g

Tempo de Endurecimento por Armazenamento

Para realização do teste, os cimentos experimentais foram manipulados, sendo que 0,5 g de pó foi pesado em balança analítica (marca Shimadzu, modelo AUY 220) em um vidro de relógio para cada grupo. Após, o pó foi transferido para uma placa de vidro e com uma micropipeta monocal 200 µl (marca BioPet, Campinas, São Paulo) foi dispensado a fase líquida (de acordo com a Tabela 1) e realizada a espatulação. Seringas plásticas com volume de 1ml (Injex, São Paulo, Brasil) (uma para cada grupo) foram preenchidas (0,5g) e vedadas. O cimento comercial (pronto para uso) foi transferido para o mesmo tipo de seringa para manutenção do padrão de armazenamento. Todas as seringas foram armazenadas a 37 °C e umidade relativa de 95% e os cimentos avaliados em 15 minutos, 60 minutos, 120 minutos, 225 minutos, 72 horas, 120 horas, 168 horas e 240 horas, observando o endurecimento/viscosidade visual do material.

Tempo de presa

Para o teste de tempo de presa preconizado pela ISO 6876:2012 ANSI/ADA Standard n°57²² foram confeccionadas matrizes de gesso com

cavidades em forma de disco, com diâmetro interno de 10 mm e altura de 1 mm. Após o armazenamento das matrizes a 37°C e umidade relativa de 95% por 24 horas, as cavidades foram preenchidas com os cimentos manipulados de acordo com o especificado para cada grupo (TABELA 1). Na sequência, uma agulha tipo Gillmore, de $100 \pm 0,5$ g e ponta cilíndrica com $2,0 \pm 0,1$ mm de diâmetro incidiu verticalmente na superfície horizontal do cimento, marcando uma indentação. Essa manobra foi repetida algumas vezes, em intervalos alternados e em diferentes áreas, até que a marcação não fosse mais visível. O tempo de presa do cimento foi considerado desde o início da mistura até o momento em que a indentação não foi mais visível.

RESULTADOS

A Tabela 2 apresenta o tempo de armazenamento e o comportamento físico do material em relação ao endurecimento dentro da seringa.

Tabela 2 – Endurecimento do material e tempo de armazenamento

Grupos	Dentro da Seringa
1 (Bio-C Sealer™)	Não endureceu (10 dias)
2 (CExST + H ₂ O)	Endureceu (7 dias)
3 (CExST + PEG)	Não endureceu (10 dias)
4 (CExST + 15% H ₂ O + 85% PEG)	Não endureceu (10 dias)

Dentro da seringa, o G1, G3 e G4 não endureceram em 10 dias, mas G4 perdeu a viscosidade visual comparando entre estes grupos. O G3 permaneceu com a consistência ideal para obturação, enquanto o G4 adquiriu consistência de cimento biocerâmico reparador. O G2 com água endureceu em 7 dias.

A Tabela 3 abaixo demonstra o tempo de presa dos grupos:

Tabela 3 – Tempo de Presa pelo método ANSI/ADA

Grupos	Tempo de Presa
1	341,3 minutos
2	189,2 minutos
3	281,4 minutos
4	224,7 minutos

O tempo de presa do cimento obturador Bio-C Sealer™ correspondeu a 341,3 minutos, CExST manipulado com H₂O 189,2 minutos, CExST manipulado com PEG 281,4 minutos e CExST manipulado com 15% H₂O + 85% PEG 224,7 minutos.

DISCUSSÃO

Neste estudo, utilizamos o polímero conhecido como PEG misturado ou não a água para manipulação do cimento devido a sua solubilidade neste meio^{9,19} biocompatibilidade¹⁷ e viscosidade²¹.

Para definição dos grupos experimentais deste trabalho foi realizado um estudo piloto no qual foi utilizado cimento Portland ao invés do CExST devido a similaridade química entre ambos²³. Foi observado que a utilização de

proporções menores que 275 µl de PEG na manipulação já conferiu o endurecimento de cimento. Entretanto, no estudo piloto, apesar de não endurecer na seringa, as proporções de 275 µl de PEG e 300 µl de PEG não adquiriram uma boa consistência para obturação. Desta forma, o uso de 85% (327 µl) de PEG e 15% (58 µl) de água foi a proporção escolhida. Observou-se no armazenamento que a proporção acima mencionada após a permanência de 10 dias em seringa, perdeu viscosidade adquirindo consistência para cimento biocerâmico reparador. Sugere-se para estudo futuro a utilização de aproximadamente 90% (350 µl) de PEG e 10% (35 µl) de água, com o objetivo de manter a consistência obturadora desejada.

O Bio-C Sealer™ utilizado no grupo 1 é um cimento endodôntico biocerâmico pronto para uso que possui o PEG como veículo⁵ e por este motivo foi o controle. Segundo o fabricante, de acordo com a norma ISO 6876, o tempo de presa do cimento é 120 minutos (2 horas) após inserção no canal. Entretanto, outros estudos mostram que o tempo de presa varia 220 minutos²⁴ e 7 dias⁵. O tempo de presa neste trabalho foi de 341,3 minutos, diferente dos estudos acima mencionados.

A metodologia do tempo de presa de acordo com a norma ISO 6876 apresenta muitas variáveis como a manutenção da umidade e temperatura durante o teste que são muito importantes para o cimento a base de silicato²³, além de demorados e poucos práticos. Determinar o tempo de presa desta nova classe de cimento endodôntico pela transição da consistência fluída (cimento fresco que não pode ser manuseado) para rígida (momento em que inicia o endurecimento ou quando o mesmo começa a desenvolver resistência) são medições puramente arbitrárias, que simplesmente definem os tempos de presa

inicial e final com base em valores subjetivos da resistência de amostras de cimentos preparadas, mas não correspondem exatamente a qualquer mudança específica nas propriedades dos mesmos²⁵. Além disso, os ensaios que utilizam as agulhas de Gillmore podem ser demorados, pouco práticos e com muitas variáveis que promovem resultados muito diferentes que dificultam comparação.

O grupo experimental manipulado com água apresentou menor tempo de presa para o endurecimento (189,2 minutos), fato já esperado pois a água é fator fundamental para que ocorra a hidratação e endurecimento²³. Os grupos que apresentaram PEG na composição (G3 e G4) exibiram maior tempo para o endurecimento, devido a natureza química do polímero utilizado¹⁶.

O armazenamento dos cimentos experimentais nas seringas que utilizaram PEG na manipulação proporcionou seu armazenamento por 10 dias sem endurecimento em temperatura de 37° C e umidade relativa de 95%, corroborando com o controle Bio-C Sealer™. O grupo que utilizou somente água endureceu em 7 dias.

CONCLUSÕES

O uso do PEG na manipulação do cimento a base de silicato tricálcico proporciona tempo de presa (norma ISO 6876) mais prolongado. Além disso, possibilita uma forma de apresentação pronta para uso em seringas plásticas por 10 dias sem sofrer reação de hidratação.

Agradecimentos: Laboratório de Cerâmica Técnica (CerTec), localizado no Iparque, pertencente a Universidade do Extremo Sul Catarinense (UNESC).

REFERÊNCIAS

1. BEM, Igor Abreu de. *et al.* Effect of Ultrasonic Activation of Endodontic Sealers on Intratubular Penetration and Bond Strength to Root Dentin. *Journal Of Endodontics*. 2020 Sep 46(9):1302-1308
2. GAUDIN Alexis, *et al.* Cytokine Production and Cytotoxicity of Calcium Silicate-based Sealers in 2- and 3-dimensional Cell Culture Models. *Journal Of Endodontics*. 2020 Jun 818-826.
3. ZHONG Xiaoyi, *et al.* Quality of Root Filling after Obturation with Gutta-percha and 3 Different Sealers of Minimally Instrumented Root canals of the Maxillary First Molar. *Journal Of Endodontics*. 2019 Aug 1030-1035.
4. CANDEIRO George Táccio de Miranda. *et al.* Evaluation of Radiopacity, pH, Release of Calcium Ions, and Flow of a Bioceramic Root Canal Sealer. *Journal Of Endodontics*. 2012 Jun 842-845.
5. SILVA E, *et al.* Biocompatibility and Bioactive Potential of New Calcium Silicate-based Endodontic Sealers: Bio-C Sealer and Sealer Plus BC. *Journal Of Endodontics*. 2020 Oct 1470-1477.
6. CHAN Stephanie, *et al.* Retrospective Analysis of Root-end Microsurgery Outcomes in a Postgraduate Program in Endodontics Using Calcium

- Silicate-based Cements as Root-end Filling Materials. *Journal Of Endodontics*. 2020 Mar 345-351.
7. SILVA Emmanuel João Nogueira Leal, *et al*. Determining the setting of root canal sealers using an in vivo animal experimental model. *Clinical Oral Investigations*. 2020 Aug 13:1899-1906.
 8. LOVATO Karen F, SEDGLEY Christine M. Antibacterial Activity of EndoSequence Root Repair Material and ProRoot MTA against Clinical Isolates of *Enterococcus faecalis*. *Journal Of Endodontics*. 2011 Nov 1542-1546
 9. ROBERTS M.J, *et al*. Chemistry for peptide and protein PEGylation. *Advanced Drug Delivery Reviews*. 2008 Jun 459-476.
 10. MILANOVIC Ivana, *et al*. Immediate and Long-Term Porosity of Calcium Silicate-Based Sealers. *Journal Of Endodontics*. 2020 Apr 515-523.
 11. KOGAN, Paul, *et al* The Effects of Various Additives on Setting Properties of MTA Paul, et al. The Effects of Various Additives on Setting Properties of MTA. *Journal Of Endodontics*. 2006 Jun 569-572
 12. BORTOLUZZI Eduardo Antunes. *et al* .The Use of a Setting Accelerator and Its Effect on pH and Calcium Ion Release of Mineral Trioxide

Aggregate and White Portland Cement. *Journal Of Endodontics*. 2006 Dec 1194-1197.

13. LEE Bin-Na, *et al.* Improvement of the Properties of Mineral Trioxide Aggregate by Mixing with Hydration Accelerators. *Journal Of Endodontics*. 2011 Oct 1433-1436.

14. BERNARDI A. *et al.* Effects of the addition of nanoparticulate calcium carbonate on setting time, dimensional change, compressive strength, solubility and pH of MTA. *International Endodontic Journal*. 2015 Dec 12:97-105.

15. MARCIANO Marina Angélica, *et al.* Physical and Chemical Properties and Subcutaneous Implantation of Mineral Trioxide Aggregate Mixed with Propylene Glycol. *Journal Of Endodontics*. 2016 Mar 474-479.

16. ZHOU Yang, *et al.* Reactive molecular simulation on the calcium silicate hydrates/polyethylene glycol composites. *Chemical Physics Letters*. 2017 Nov 184-187.

17. ATHANASSIADIS, WALSH. Aspects of Solvent Chemistry for Calcium Hydroxide Medicaments. *Materials*. 2017 out 23:1219-1229
18. ROSELLO Arnau Panisello, *et al.* Polyethylene Glycol 35 as a Perfusate Additive for Mitochondrial and Glycocalyx Protection in HOPE Liver Preservation. *International Journal Of Molecular Sciences*. 2020 Aug 09:5703
19. HARRIS J. Milton, CHESS Robert B. Effect of pegylation on pharmaceuticals. *Nature Reviews Drug Discovery*. 2003 Mar 214-221..
20. CARREIRA, Cláudia de Moura *et al.* Antimicrobial effect of intracanal substances. *Journal Of Applied Oral Science* 2007 out 15:453-458
21. ZHOU Yang, *et al.* Modification of poly(ethylene glycol) on the microstructure and mechanical properties of calcium silicate hydrates. *Cement And Concrete Research*. 2019 Jan 20-30.
22. International Organization for Standardization (2012) 'Dentistry - Root canal sealing materials - ISO 6876:2012'.
23. CAMILLERI Josette. Hydration mechanisms of mineral trioxide aggregate. *International Endodontic Journal*. 2021 Jun 462-470.

24. ZORDAN-BRONZEL Cristiane Lopes, et al. Evaluation of Physicochemical Properties of a New Calcium Silicate–based Sealer, Bio-C Sealer. *Journal Of Endodontics*. 2019 Oct 10:1248-1252.

25. Hu, J., Ge, Z. and Wang, K. (2014) 'Influence of cement fineness and water-to-cement ratio on mortar early-age heat of hydration and set times', *Construction and Building Materials*. Elsevier Ltd, 50, pp. 657–663. doi: 10.1016/j.conbuildmat.2013.10.011.