

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE
DO SUL
FACULDADE DE ODONTOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM
ODONTOLOGIA
ÁREA DE CONCENTRAÇÃO CLÍNICA
ODONTOLÓGICA - ENDODONTIA

**PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS DE UMA
NOVA FORMULAÇÃO DE CIMENTO
BIOCERÂMICO**

ALINE TEIXEIRA MENDES

Porto Alegre

2017

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL
FACULDADE DE ODONTOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA
CLÍNICA ODONTOLÓGICA – ENDODONTIA

Linha de Pesquisa:

Biomateriais e técnicas Terapêuticas em Odontologia

**PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS DE UMA NOVA FORMULAÇÃO DE
CIMENTO BIOCERÂMICO**

ALINE TEIXEIRA MENDES

**Dissertação apresentada ao
Programa de Pós-Graduação em
Odontologia, como parte dos
requisitos obrigatórios para
obtenção do Título de Mestre em
Clínica Odontológica – Endodontia.**

Orientador: Prof. Dr. Marcus Vinícius Reis Só

Porto Alegre

2017

CIP - Catalogação na Publicação

Teixeira Mendes, Aline
PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS DE UMA NOVA
FORMULAÇÃO DE CIMENTO BIOCERÂMICO / Aline Teixeira
Mendes. -- 2017.
70 f.
Orientador: Marcus Vinícius Reis Só.

Dissertação (Mestrado) -- Universidade Federal do
Rio Grande do Sul, Faculdade de Odontologia,
Programa de Pós-Graduação em Odontologia, Porto
Alegre, BR-RS, 2017.

1. Cimento de Silicato. 2. Endodontia. 3.
Silicato de Cálcio. 4. Propriedades Físicas. 5.
Propriedades Químicas. I. Reis Só, Marcus Vinícius,
orient. II. Título.

AGRADECIMENTOS

Acima de tudo, a Deus, que iluminou o meu caminho durante mais esta etapa da minha vida, guiando meus passos e me fortalecendo.

Ao dedicado orientador e também amigo **Prof. Dr. Marcus Vinícius Reis Só**, pelo empenho, dedicação, paciência, competência, ensinamentos, cobranças, carinho e confiança dispensados a mim durante todo este período de orientação.

Aos meus pais, **Ademar de Souza Mendes e Maria Ruceli Teixeira Mendes** pelo apoio, exemplo de vida e paciência em todos os momentos.

À minha irmã, **Laura Teixeira Mendes**, pelo amor, cumplicidade e estímulos constantes.

À equipe de professores de Endodontia da UFRGS, Prof. Dr. **Régis Burmeister dos Santos**, Prof. Dr. **João Ferlini Filho**, Prof^a. Dr^a. **Fabiana Soares Grecca**, Prof. Dr. **Ricardo Abreu da Rosa**, Prof^a. Dr^a. **Patrícia Kopper Móra**, Prof^a. Dr^a. **Simone Bonato Luisi**, Prof. Dr. **Francisco Montagner** e Prof. Dr. **Tiago André Fontoura de Melo**, Prof^a. Dr^a. **Roberta Kochenborger Scarparo**, pelos ensinamentos, carinho e acolhimento.

À secretária da Endodontia da Faculdade de Odontologia da UFRGS **Alessandra Mendes dos Santos**, pelo carinho, paciência, sendo sempre prestativa.

Aos professores, funcionários e alunos do LAMAD e LABIM pelos ensinamentos e auxílio.

Aos colegas que foram companheiros nessa caminhada, que eu tive o imenso prazer de conhecer e conviver, **Bruna Signor, Daniela Bazzo Barbisan**,

Eduardo Ourique Rotta, Fernanda Hack Coelho e Pedro Henrique Marks Duarte.

Ao colega de profissão e também amigo **Gabriel Campos Louzeiro**, pelo companheirismo, apoio, paciência e auxílio dispensado.

Ao amigo e professor da graduação, hoje colega de profissão Dr. **Carlos Frederico Brilhante Wolle**, pelo incentivo de sempre, dedicação e apoio para que hoje eu pudesse estar realizando esse sonho.

A todos que direta, ou indiretamente, contribuíram para a realização deste trabalho,

Muito obrigada!

.

RESUMO

O sucesso do tratamento endodôntico a longo prazo depende do preparo químico mecânico e também da obturação dos sistemas de canais radiculares, que tem como objetivo prover o preenchimento de forma tridimensional com um material inerte. Um cimento endodôntico ideal deve ser biocompatível, ter tempo de presa adequado, estabilidade dimensional, união à dentina, baixa solubilidade, fácil manuseio e ser radiopaco. Para estabelecer um padrão nas pesquisas de materiais odontológicos algumas especificações são determinadas pela ISO e ANSI/ADA, onde são determinados os testes a serem realizados para cada tipo de material a ser avaliado. O objetivo desse estudo foi avaliar as propriedades físico-químicas de um novo cimento à base de silicato de cálcio tendo como fonte de comparação um cimento à base de resina epóxi. Para a avaliação do pH e liberação de cálcio, tubos de polietileno de 1mm de diâmetro interno e 10 mm de comprimento foram preenchidos com os cimentos e imersos em 10 ml de água deionizada. Após os períodos experimentais de 1, 24, 72 e 168 horas as amostras foram avaliadas quanto ao pH e a liberação de cálcio em um medidor de pH e espectrofotômetro colorimétrico respectivamente. Na análise da radiopacidade, solubilidade e tempo de presa foram confeccionados anéis com 10mm de diâmetro e 1mm de espessura do cimento; o valor da radiopacidade foi determinado de acordo com a densidade radiográfica (mm Al). Para a solubilidade os espécimes foram imersos em 50ml de água destilada por 7 dias, onde foi aferida a massa inicial (antes da imersão) e a final (após a imersão e desumidificação). A avaliação do tempo de presa foi realizada com agulhas Gilmore de 100g e 456,3g. O escoamento foi realizado com base na ISO 6876:2001. Os dados foram analisados por análise de variância e teste de Tukey ($P < 0,05$). Os resultados encontrados nesse estudo, para valores de pH e Ca^{2+} foram significativamente maiores para o cimento Biosealer quando comparados ao AH Plus ($P < 0,05$). Nos testes de escoamento, radiopacidade e tempo de presa o cimento biocerâmico demonstrou valores inferiores ao AH Plus ($P < 0,05$). O Biosealer demonstrou uma alta solubilidade comparativamente ao AH Plus ($P < 0,05$). É lícito concluir que, o cimento Biosealer demonstrou boas propriedades físico-químicas tais como; pH, liberação de cálcio, escoamento,

radiopacidade e tempo de presa. Essa nova formulação de cimento endodôntico apresentou uma maior solubilidade do que a prevista na ISO 6876:2012.

Palavras-chave: Cimento de silicato; Endodontia; Silicato de cálcio; Propriedades físicas; Propriedades químicas.

ABSTRACT

The success of long-term endodontic treatments depend on mechanical and chemical preparation, as well as on the root canal fillings, the purpose of which being providing filling in a three-dimensional fashion using inert material. The ideal endodontic cement must be biocompatible, have an appropriate setting time, dimensional stability, dentin bond strength, low solubility, be easy to manipulate and radiopaque. In order to set up a standard for research involving dental materials, some specifications are set forth by ISO and ANSI/ADA, in which the tests to be carried out for each material to be assessed are provided for. The goal of this study is to assess the physical and chemical properties of a new calcium silicate-based cement, to be compared with an epoxy resin-based cement. In order to assess calcium release and pH levels, polyethylene tubes with internal diameter of 1 mm and 10 mm in length have been filled with the cements and immersed in 10 ml of deionized water. After trial periods of 1, 24, 72 and 168 hours, the samples were assessed with regard to their calcium release and pH levels, using a colorimetric spectrophotometer and a pH meter, respectively. In order to assess radiopacity, solubility and setting time, rings with 10 mm in diameter and 1 mm in thickness were manufactured using the cements; the radiopacity levels were calculated in accordance with their radiographic density (mm Al). In order to assess solubility, the items were immersed in 50 ml of distilled water for seven days, with the initial mass (before immersion) and final mass (after immersion and dehumidification) being measured. The setting time assessment was carried out using Gilmore needles weighing 100 g and 456.3 g. Yield test was carried out based on ISO 6876:2001. The data obtained were analyzed through analysis of variance and Tukey test ($P < 0.05$). The results found in this study with regard to pH and Ca^{2+} levels were significantly higher for the Biosealer cement, when compared with AH Plus ($P < 0.05$). In the yield, radiopacity and setting time tests, the results for the bioceramic cement were lower when compared with AH Plus ($P < 0.05$). The results for the Biosealer indicated higher solubility levels, when compared with AH Plus ($P < 0.05$). It is conceivable to conclude that the Biosealer has shown good physical-chemical properties, such as pH, calcium release, yield, radiopacity and setting time. This

new endodontic cement formulation has shown a higher solubility when compared with the level set forth in ISO 6876:2012.

Keywords: Silicate cement; Calcium silicate; Physical properties; chemical properties.

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

°C – graus Celsius

µM – micrômetro

ADA – American Dental Association

ANSI – American National Standards

Ca⁺⁺ - íons Cálcio

ER – Endo Rez

g – grama

h – hora

ISO – International Organization for Standardization

LAMAD – Laboratório de Materiais Dentários

LABIM – Laboratório de Bioquímica e Microbiologia

min – minutos

ml – microlitro

mm – milímetro

mm Al – milímetro de alumínio

MTA – Agregado Trióxido Mineral

N – Newton

nm – nanômetro

pH – Potencial de hidrogênio, representação da escala a qual uma solução neutra é igual a 7.

RS – Rio Grande do Sul

TEGDMA – trietileno glicol dimetacrilato

UDMA – uretano dimetacrilato

UFRGS – Universidade do Rio Grande do Sul

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	10
2 REVISÃO DE LITERATURA	12
2.1 PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS DOS CIMENTOS ENDODÔNTICOS.....	13
2.1.1 Físicas	14
2.1.1.1 Tempo de Presa	14
2.1.1.2 Radiopacidade.....	15
2.1.1.3 Escoamento.....	15
2.1.2 Químicas	16
2.1.2.1 pH.....	16
2.1.2.2 Liberação de Íons Cálcio (Ca ⁺).....	16
2.1.2.3 Solubilidade	17
3.1 CIMENTO À BASE DE ÓXIDO DE ZINCO E EUGENOL	18
3.2 À BASE DE RESINA EPÓXI	19
3.3 À BASE DE RESINA DE SALICILATO	20
3.5 À BASE DE RESINA DE UDMA.....	21
3.6 COM HIDRÓXIDO DE CÁLCIO	22
3.7 À BASE DE SILICATO DE CÁLCIO (BIOCERÂMICOS)	23
3.7.1 CIMENTOS BIOCERÂMICOS REPARADORES.....	24
3.7.2 CIMENTOS BIOCERÂMICOS OBTURADORES	25
4 OBJETIVOS	28
4.1 GERAL	28
4.2 ESPECÍFICOS	28
5 SCIENTIFIC ARTICLE	29
6 CONSIDERAÇÕES FINAIS	42
7 CONCLUSÕES	45
REFERÊNCIAS	46
ANEXOS	54
ANEXO A	54
ANEXO B	55

1 INTRODUÇÃO

O preparo químico mecânico do sistema de canais radiculares é fase fundamental no processo de reparo e manutenção da integridade dos tecidos da região periapical. A obturação dos canais radiculares vem como última etapa operatória, através do preenchimento e selamento com material obturador (MACHADO, 2016).

O sucesso do tratamento endodôntico a longo prazo depende do preparo químico mecânico e também da obturação do sistema de canais radiculares, que tem como objetivo, prover o preenchimento de forma tridimensional com um material inerte, para que se obtenha um meio apropriado à manutenção e saúde do periápice e/ou um meio favorável ao reparo (BUENO, 2017). Além disso, a obturação visa impedir o fluxo de fluidos derivados dos tecidos perirradiculares, bem como impedir a viabilidade das bactérias que, possam sobreviver à limpeza química e mecânica, inviabilizando meios nutritivos favoráveis à multiplicação de microrganismos (SHIPPER et al., 2005).

Alguns critérios devem ser respeitados no momento da obturação do sistema de canais radiculares: preparo químico-mecânico concluído, paciente sem sintomatologia dolorosa espontânea ou provocada no dente a ser obturado, canais secos (sem a presença de exsudato), dente selado provisoriamente com a medicação intracanal (CASTELUCCI, 2004).

Quanto aos requisitos necessários de um cimento obturador LEONARDO e LEONARDO (2009) destacaram: ser biocompatível, oferecer um tempo de presa adequado, induzir o reparo por tecido mineralizado, apresentar estabilidade dimensional, oferecer ligeira expansão durante o período de presa, bom selamento, baixa solubilidade aos fluidos teciduais, fácil manuseio e ser radiopaco.

O mercado odontológico disponibiliza diversos tipos de cimentos, associados a diferentes bases químicas, para serem utilizados em obturações endodônticas associados à gutapercha, tais como: cimentos à base de óxido de zinco e eugenol, à base de resina epóxi, à base de resina de salicilato, à base de resina de UDMA à base de polidimetilsiloxano e os biocerâmicos que são à base de silicato de cálcio (MACHADO, 2016).

Os cimentos biocerâmicos recentemente introduzidos no comércio, são chamados de cimentos bioativos, pois, durante a reação de presa produzem hidroxiapatita. Além disso, eles apresentam biocompatibilidade, baixa citotoxicidade, capacidade seladora, atividade antimicrobiana, união à dentina, adequada radiopacidade e escoamento, pH alcalino e elevada liberação de íons cálcio. É um cimento que vem pré-misturado de fábrica (não precisa ser manipulado). Para sua tomada de presa é necessária a existência de umidade no canal radicular (CANDEIRO et al., 2012; ZHANG et al., 2009; UTNEJA et al., 2015; LOUSHINE et al., 2011).

Assim, baseado nas informações supracitadas, e no fascínio que este tema gera no meio científico pela busca de um cimento endodôntico ideal, uma série de ensaios físicos e químicos sobre um novo cimento endodôntico biocerâmico merece ser estudado.

2 REVISÃO DE LITERATURA

Endodontia é a área da Odontologia que se ocupa da prevenção e controle da infecção do canal radicular (SIQUEIRA JUNIOR et al., 2000). A limpeza e a conformação do sistema de canais radiculares, de acordo com Leonardo e Leonardo (2009), é considerada como a fase do tratamento que propicia a resolução dos problemas pulpoperiapicais, contribuindo para o sucesso clínico/radiográfico. Para impedir a infecção ou reinfecção faz-se necessária uma obturação tridimensional do sistema de canais radiculares, favorecendo o reparo dos tecidos da região apical e periapical (KAUR et al., 2015; SHAKYA, 2016).

A Endodontia teve como precursores pesquisadores como Prinz, Buckley, Cook, Rhein e Callahan, os quais trouxeram a consolidação da teoria microbiana das doenças a partir da segunda metade do século XIX (MACHADO et al. 2016). Esses primeiros autores desenvolveram os princípios fundamentais da Endodontia: eliminação do processo inflamatório periapical, ampliação adequada do canal radicular, limpeza e preenchimento, que hoje representam a base da endodontia moderna (CASTELUCCI, 2004).

Rickert (1925), demonstrou a necessidade de se utilizar um cimento endodôntico junto à gutapercha, que fosse capaz de preencher os espaços não ocupados por ela no interior dos canais radiculares. O mesmo preconizava que, o cone de guta-percha selecionado fosse passado no cimento antes de ser inserido no canal radicular. Em 1931, Rickert e Dixon formularam a “teoria do tubo vazio”, em que um espaço vazio dentro de um organismo vivo tende a encher-se de fluídos em um curto período de tempo (CASTELUCCI, 2004). Passados dois anos, Coolidge (1933) concluiu que, canais insuficientemente obturados são preenchidos por fluídos da corrente sanguínea, acumulados em espaços vazios, e que serão rapidamente colonizados por bactérias que atingem esses espaços, e se instalam nessa região por estarem protegidas da defesa do organismo através da fagocitose.

O cimento endodôntico deve preencher as lacunas entre o cone de gutapercha e as paredes do canal radicular, mas também deve preencher as irregularidades menores onde a guta-percha não consegue atingir sem o uso de técnicas termoplastificadas de obturação na superfície do canal, tendo como

uma das finalidades impedir a entrada de microrganismos no espaço do canal radicular (AHUJA, 2016).

2.1 PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS DOS CIMENTOS ENDODÔNTICOS

Na prática, não existe um material que preencha todas as características desejáveis para um cimento obturador, o que normalmente ocorre é a predominância de algumas em detrimento de outras (VIVAN et al., 2013).

A partir do ano de 1928, métodos de pesquisa em materiais dentários foram submetidos à divulgação de resultados científicos, após a incorporação da Associação de Pesquisa Odontológica da *National Bureau of Standards* pela *American Dental Association* –ADA. (Phillips, 1984)

Somente no ano de 1984, o Conselho de Materiais Dentários, Instrumentos e Equipamentos da *American National Standards/American Dental Association* – ANSI/ADA aprovou a especificação nº 57 para materiais obturadores de canais radiculares. O objetivo dessa especificação foi padronizar métodos de avaliação das propriedades físicas dos cimentos obturadores. A especificação nº 57 foi revisada novamente em 1994 e a segunda revisão ocorreu em 2000 e em 2012 a mesma foi ratificada (ANSI/ADA, 1984, 1994, 2000).

Com base nas abordagens de Prinz (1912), Callahan (1914), Grossman (1958) e Branstetter e Fraunhofer (1982), é possível descrever os requisitos que um cimento obturador ideal deve apresentar (tabela 1).

Tabela 01. Requisitos de um cimento obturador ideal de acordo com Callahan, Prinz, Grossman e Branstetter e Fraunhofer.

Promover união entre os cones e a parede do canal;
Promover o selamento marginal do canal radicular e suas ramificações;
Ser radiopaco;
De fácil manipulação;
Não sofrer contração após a presa;
Bactericida ou bacteriostático;
Não causar manchas as estruturas dentárias;
Insolúvel;
Tempo de presa lento que possibilite bom tempo de trabalho;
Bioativo ou inerte;
Passível de remoção;

Para estabelecer um padrão na pesquisa de materiais, se fez necessário criar métodos e sistemas de testes para avaliação das propriedades físicas, químicas e mecânicas. Sendo assim, esses métodos padronizados conhecidos como especificações devem ser seguidos durante os protocolos de pesquisa. Em 1986 foi publicado pela primeira vez a *International Organization for Standardization* (ISO) onde foram estabelecidas suas especificações (CHAIN et al. 2013). De acordo com a ISO 6876:2001 para cimentos endodônticos, os testes a serem realizados são: escoamento, radiopacidade, solubilidade, tempo de presa, tempo de trabalho, solubilidade e espessura de película. A *American Dental Association* (ADA) determina, que os testes de avaliação das propriedades físicas, devem ser os seguintes: escoamento, tempo de presa, radiopacidade, solubilidade, dentre outros (ANSI/ADA, 1984).

2.1.1 Físicas

2.1.1.1 Tempo de Presa

O tempo de presa do cimento é de grande valia, pois é possível calcular o tempo disponível para a obturação dos canais radiculares. Essa propriedade pode sofrer interferência de fatores como temperatura, granulometria, meio ambiente e pH (FARAONI et al., 2013) (MARÍN-BAUZA et al., 2012). No estudo de Allan et al. (2001), os autores relataram que esse tempo não deve ser prolongado a ponto de prejudicar a conduta clínica, pois poderia ocorrer a deterioração do cimento, favorecendo a penetração de agentes irritantes e a liberação de possíveis produtos tóxicos; também não deve ser curto, para que o profissional consiga finalizar o trabalho adequadamente. A ANSI/ADA (2000) estabelece que, o tempo de presa do cimento endodôntico pode variar apenas 10% em relação ao estabelecido pelo fabricante.

Esse ensaio se faz através da manipulação do cimento de acordo com o que o fabricante estabelece, inserido em uma matriz padronizada e aguardado o tempo inicial próximo ao que o fabricante indica. A seguir uma agulha Gilmore de 100g é inserida verticalmente sobre a superfície do material; o uso da agulha é repetido até que não cause mais deformações no mesmo. Posteriormente, o mesmo teste é repetido com uma agulha tipo Gilmore de 456,3 g, até que a

ausência de marcação indique a presa final do material de acordo com as determinações da ASTM C266-07. O tempo de presa se dá através de uma média aritmética entre os corpos de prova (ISO 6876/2012).

2.1.1.2 Radiopacidade

Segundo Vivan et al. (2013), a radiopacidade é uma das características essenciais dos cimentos endodônticos, pois permite ao profissional visualizar e verificar se houve o correto preenchimento dos canais radiculares, observar o limite apical de obturação, e posteriores controles radiográficos com a finalidade de avaliar o sucesso da terapia endodôntica. Para que isso ocorra, a radiopacidade do cimento deve permitir a distinção de estruturas anatômicas adjacentes.

De acordo com a ISO 6876/2012, a radiopacidade é verificada medindo-se a densidade radiográfica óptica em equivalência a mesma espessura de alumínio, onde um milímetro de dentina tem uma radiopacidade igual a um milímetro de alumínio, portanto se faz necessário uma radiopacidade de no mínimo três milímetros de alumínio para cimentos endodônticos (TANOMARU-FILHO et al., 2013; PRÜLLAGE et al., 2016; ANSI/ADA 2000).

2.1.1.3 Escoamento

Embora a capacidade de escoamento permita o preenchimento de espaços vazios, sua alta fluidez pode resultar na extrusão apical. Com isso, essa característica é de suma importância (SHAKYA, 2016).

O teste de escoamento é realizado de acordo com a ISO 6876:2001, onde cada cimento deve ser manipulado de acordo com a recomendação do fabricante obtendo-se um volume de 0,05 ml. Cada cimento é inserido no centro de uma placa de vidro, depois de transcorrido 180 segundos do início da manipulação, é depositado sobre o cimento um conjunto composto por uma placa de vidro e uma carga de 120g, contando o peso das placas de vidro. Após 10 min, o peso adicional é removido e mede-se os diâmetros maiores e menores dos discos por meio de um paquímetro digital. A ANSI/ADA (2000) recomenda que, cimentos endodônticos devam ter um diâmetro mínimo de 20 mm de escoamento.

2.1.2 Químicas

2.1.2.1 pH

Um pH alcalino elevado irá favorecer a formação de tecido mineralizado e ação antimicrobiana (RESZKA et al., 2016). De acordo com Lee et al. (2017), ele é capaz de neutralizar o ácido lático dos osteoclastos e prevenir a dissolução dos componentes mineralizados dos dentes.

Para análise de pH, os cimentos são colocados em tubos plásticos (com 1 mm de diâmetro e 10 mm de comprimento) com uma das extremidades fechadas e imediatamente imersos em tubos com 10 ml de água deionizada e selados, são mantidos a temperatura de 37°. O pH é aferido através de um pHmetro previamente calibrado após o período determinado na metodologia (CANDEIRO et al., 2012).

2.1.2.2 Liberação de Íons Cálcio (Ca⁺)

A capacidade de liberação de íons cálcio e pH alcalino do cimento são propriedades químicas extremamente importantes, porque serão estas características que irão ajudar no reparo e auxiliar no processo de mineralização (KUGA et al., 2013). O uso de materiais intracanáis ricos em íons cálcio colabora com o controle da reabsorção óssea inibindo a atividade dos osteoclastos, promovendo a migração celular e mineralização do tecido afetado (SRIVASTAVA, 2014).

A espectrofotometria de absorção atômica é o método mais empregado para avaliação do cálcio disponível, para os diferentes tipos de materiais que apresentam esse elemento químico, na qual o espectrofotômetro está equipado com uma lâmpada de cátodo oco específica para o cálcio (DUARTE; DEMARCHI; MORAES, 2004; VIVAN et al. 2010).

A análise dos cimentos que contém cálcio também pode ser realizada através do espectrofotômetro colorimétrico, onde as concentrações de cálcio são calculadas comparando-se com uma curva de calibração pré-estabelecida. O agente Arsenazo III, em meio ácido, forma um complexo de coloração azul, cuja a intensidade é proporcional à concentração de cálcio na amostra. A absorvância

do produto da reação deve ser medida nos comprimentos de onda entre 600 e 680 nm (VOGEL et al., 1983; BIOCLIN, 2017).

$$\text{Cálcio (mg/dL)} = \frac{\text{Absorbância do Teste}}{\text{Absorbância do Padrão}} \times 10$$

2.1.2.3 Solubilidade

A baixa solubilidade dos cimentos em água destilada se faz necessária como uma das propriedades químicas, pois os cimentos obturadores devem ser dimensionalmente estáveis e insolúveis. (PRÜLLAGE et al., 2016).

Baseado na ISO 6876 os espécimes são confeccionados e colocados em moldes. Após a tomada de presa os cimentos são removidos dos moldes e limpos de qualquer partícula solta na superfície. As amostras são pesadas em balança analítica e depois inseridas de forma suspensa em tubos Falcon fechados com 50 ml de água destilada por 7 dias (168h). Após as 168h, os corpos de prova são removidos dos frascos, lavados suavemente e secos com papel absorvente, colocados em um desumidificador por 24h, e depois pesados novamente. A solubilidade é determinada, calculando o peso que foi perdido durante a imersão. A ANSI/ADA (2000) recomenda que, cimentos endodônticos não devem exceder 3% em massa quando a solubilidade do material é testada.

3 CIMENTOS ENDODÔNTICOS

Como já descrito anteriormente, o cimento endodôntico tem um papel de extrema importância na endodontia.

Há uma diversidade de cimentos endodônticos disponíveis comercialmente, com novos produtos sendo lançados, havendo a necessidade do profissional conhecer as principais propriedades do material a ser utilizado. Os cimentos endodônticos são divididos em grupos de acordo com sua base química principal. Existem cimentos à base de óxido de zinco e eugenol, resina epóxi, resina de salicilato, resina de UDMA, à base de polidimetilsiloxano e a base de silicato de cálcio (biocerâmicos) (HADDAD FILHO, 2015).

3.1 CIMENTO À BASE DE ÓXIDO DE ZINCO E EUGENOL

No ano de 1925, pesquisadores como Rickert, na área da Endodontia, analisaram a necessidade de se utilizar um agente cimentante que pudesse ser utilizado junto à gutapercha e fosse capaz de preencher os espaços não ocupados por ela no interior dos canais radiculares. (MACHADO et al. 2016).

Há relatos na literatura, que desde 1894, já se usavam materiais à base de óxido de zinco e eugenol. Já se tinha conhecimento na época da capacidade de ação antisséptica do óxido de zinco, e quando associado ao eugenol, atribuía ao cimento maior capacidade antimicrobiana. Esse material era utilizado para capeamento pulpar, como o “*Pulpol*” proposto por J. Wessler (FRANCKE, 1971).

Em 1927, Rickert propôs a formulação de um cimento à base de óxido de zinco e óleos resinas como cimento obturador. Com o objetivo de potencializar a ação antimicrobiana do cimento, o autor incorporou prata precipitada e o bi-iodo de bi-timol. Esse cimento é comercializado até os dias atuais no mercado americano pela empresa Kerr/Sybron CO., LTD. (Romulus, Michigan, EUA) pelo nome de *Pulp Canal Sealer* (MACHADO et al. 2016).

Cimentos à base de óxido de zinco e eugenol foram introduzidos por Grossman em meados de 1936, para serem utilizados com cones de gutapercha ou cones de prata. Originalmente, esse produto apresentava além do óxido de zinco e eugenol, prata precipitada e óxido de magnésio, com propriedades inconvenientes pela alteração de cor da estrutura dental, através da formação de sulfato pela prata (LEONARDO e LEONARDO, 2017; BUENO, 2017). Em 1958, ciente da alteração cromática dos dentes pelo cimento, Grossman alterou a fórmula inicial, banindo a prata. No ano de 1974, a fórmula foi alterada, e é utilizada até os dias atuais, sendo composto na forma de pó, óxido de zinco, resina hidrogenada, subcarbonato de bismuto, sulfato de bário, borato de sódio anidro, e de líquido pelo eugenol (SOARES e GOLDBERG, 2003; MACHADO et al. 2016).

Atualmente encontramos no comércio nacional o cimento proposto por Grossman, Endofill (Dentsply, Petrópolis, RJ, Brasil), no estudo de Vivan et al. 2013, o Endofill apresentou ótimos valores de radiopacidade, com densidade acima da dentina e das normas da ISO, e isso se dá pela presença do óxido de zinco, subcarbonato de bismuto e sulfato de bário na sua formulação. A

solubilidade e escoamento também demonstraram bons resultados e encontram-se nos padrões definidos pela ANSI/ ADA (MARÍN-BAUZA et al., 2012).

3.2 À BASE DE RESINA EPÓXI

A resina epóxi foi inicialmente utilizada em odontologia para a confecção de bases de próteses totais (MACHADO et al. 2016). O cimento endodôntico à base de resina epóxi foi desenvolvido com a finalidade de suprir deficiências relacionadas à falta de adesão entre os cimentos endodônticos e as paredes do canal (BUENO, 2017).

Foi apresentado por Schroeder na Suíça no ano de 1954, onde foi destacado um cimento obturador de canais radiculares à base de resina epóxi que sela o canal radicular devido à sua maior estabilidade físico-química (SCHROEDER, 1954), posteriormente vendida no mercado americano com o nome comercial de “AH 26” (MACHADO et al. 2016).

Em 1988, Klee e colaboradores, desenvolveram o cimento AH Plus (Dentsply DeTrey, Konstanz, Alemanha), cimento à base de resina epóxi que libera quantidade mínima de formaldeído durante a ação de polimerização (KLEE; GRÜTZNER; HÖRHOLD, 1996). Esse cimento apresenta como uma de suas características: maior radiopacidade e estabilidade dimensional a longo prazo (SONNTAG, et al.2014).

Para Arias-Moliz et al. (2015) o AH Plus é considerado como o cimento padrão ouro, por suas propriedades físicas que conferem estabilidade dimensional de longo prazo, boa adesão dentinária, fluidez e biocompatibilidade, cumprindo os requisitos necessários das propriedades físico-químicas que a ANSI/ADA e ISO estabelecem (LEE et al., 2017). O AH Plus foi originado a partir de modificações na fórmula do AH26 e apresenta uma grande capacidade de escoamento, o que permite o preenchimento de irregularidades no canal. No entanto, um aumento excessivo dessa característica pode favorecer a extrusão apical (DUARTE et al., 2010).

Apresenta-se em forma de tubos para manipulação manual com quantidades 1:1 das pastas A e B, segundo recomenda o fabricante. Compostos por: pasta A – Resina Epóxi de Bisfenol-A; Resina Epóxi de Bisfenol-F; Tungstato de cálcio; Óxido de zircônio; Sílica e Óxido de ferro. Pasta B – Amina

Adamantada; N, N" - Dibenzil-5-oxanonane-diamina-1,9; TCD – Diamina; Tungstato de cálcio; Óxido de zircônio; Sílica e Óleo de silicone (COLLADO-GONZÁLEZ et al., 2017).

3.3 À BASE DE RESINA DE SALICILATO

Na união de um cimento endodôntico com as propriedades biológicas do MTA foi lançado comercialmente o MTA Fillapex. O MTA isolado não apresenta propriedades ideais para ser utilizado como cimento endodôntico em obturações de canais radiculares (CHÁVEZ-ANDRADE et al., 2013).

MTA Fillapex (Angelus, Londrina, Brasil) foi lançado no ano de 2012, sendo um cimento obturador do canal radicular à base de resina de salicilato (SILVA et al., 2013). Vendido comercialmente em forma de bisnaga, com pasta base e catalisadora que devem ser proporcionadas em quantidades iguais e manipuladas até formarem uma massa de cor homogênea (HADDAD FILHO, 2015). A pasta base contém resina de salicilato, resina natural, tungstato de cálcio, sílica nanoparticulada e pigmentos. A pasta catalisadora é composta por resina diluente, 13,2% mineral trióxido agregado, sílica nanoparticulada e pigmentos (MACHADO et al. 2016; RESZKA, 2016). O radiopacificador utilizado é óxido de bismuto (SILVA et al., 2013).

Segundo Reszka (2016) o tempo de trabalho do MTA Fillapex é de 23 minutos e tempo final definido em aproximadamente 2h. Esse material tem maior capacidade de união quando comparado aos cimentos à base de óxido de zinco e eugenol e similar à dos cimentos à base de resina epóxi; em contrapartida tem dificuldade em tomar presa em canais secos (BUENO, 2017). Apresenta baixa solubilidade em contato com fluídos dos tecidos periapicais e satisfatório escoamento (SRIVASTAVA, 2014).

Na literatura foi possível encontrar, benefícios a respeito de sua ação antimicrobiana, sendo efetiva contra *E. faecalis* através do pH alcalino (BÓSIO et al., 2013). Outra característica importante desse cimento, é sua biocompatibilidade, bioatividade e osteocondução (VITTI et al., 2013). Por outro lado, Assmann et al. (2015) e Tavares et al. (2013), verificaram que o cimento MTA Fillapex apresentou efeitos irritantes no tecido conjuntivo subcutâneo e tecido ósseo.

Outro cimento à base de resina de salicilato e que contém hidróxido de cálcio é o Sealapex (Sybron-Endo Corp, Orange, CA, USA). Devido aos conhecidos efeitos terapêuticos do hidróxido de cálcio, essa substância foi introduzida nos cimentos endodônticos com a finalidade de melhorar as propriedades biológicas desses materiais. Entretanto, após a alteração de sua composição química, recentes pesquisas têm apontado para a diminuição de sua biocompatibilidade (LEONARDO et al. 1997; LEONARDO et al. 2007). A sua reformulação constituiu, basicamente, na substituição do sulfato de bário pelo trióxido de bismuto como agente radiopacificador, além da alteração química com a finalidade de aumentar a vida útil do produto (LEONARDO et al., 1997). Ainda assim, o Sealapex apresenta eficiente selamento marginal apical (SILVA-HERZOG et al., 2011), plasticidade, viscosidade e escoamento (LEONARDO et al., 2007).

3.5 À BASE DE RESINA DE UDMA

EndoRez (ER) (Ultradent Products Inc, South Jordan, UT), é um cimento endodôntico à base de resina de uretano dimetacrilato (UDMA), hidrofílico, aderente em materiais resinosos, biocompatível e radiopaco (Zmener et al. 2008). É composto de 30% de UDMA, óxido de bismuto, dimetacrilato de trietilenoglicol (TEGDMA), lactato de cálcio pentahidratado (MACHADO et al. 2016).

De acordo com o fabricante, o tempo de trabalho deve ser de 12 a 15 min e o tempo de presa final se dá em 20 a 30 min (ULTRADENT, 2017). A finalização é obtida com o uso de luz por 40 segundos para criação de delgada camada de material fotopolimerizador visando o selamento (LEONARDO e LEONARDO, 2017). Sua presa é dificultada quando em contato com o oxigênio. Deste modo, a irrigação final antes da obturação deve ser realizada com soro fisiológico, evitando, assim, a presença de oxigênio residual proveniente do hipoclorito de sódio (LEE et al., 2011) ou lubrificantes à base de peróxido (TAY et al., 2005).

As propriedades hidrofílicas do cimento permitem a penetração profunda nas paredes do canal radicular, mas não apresenta adesão a gutapercha. Por ser hidrofílico, o cimento apresenta adequada penetração em dentina úmida, de

tal forma que o fabricante recomenda que as paredes do canal radicular sejam mantidas úmidas, não desidratadas, aproveitando ao máximo essa propriedade. (Zmener et al. 2008).

O EndoRez está indicado para técnicas convencionais de obturação dos canais radiculares, devendo ser usado preferencialmente com cones de gutapercha revestidos por resina de UDMA, por não apresentar adesão a gutapercha. Comercialmente se apresenta com 2 seringas, seringa TwoSpencer com misturador do cimento endodôntico, que será injetado diretamente na minisseringa Skini com agulha NaviTip (Ultradent Products Inc, South Jordan, UT). Com a seringa Skini e agulha NaviTip o cimento será inserido no canal radicular ficando 3 mm aquém do comprimento de trabalho sendo preenchido até a entrada do canal e após o cone selecionado deve ser inserido. (LEONARDO e LEONARDO, 2017).

3.6 COM HIDRÓXIDO DE CÁLCIO

Neste momento, é importante ressaltar que muitos autores preconizam a classificação de cimentos à base de hidróxido de cálcio como classificam Sevimay e Dalat (2003), quando na verdade não existe um cimento que seja à base de hidróxido de cálcio. Os cimentos que são descritos como à base desse material são cimentos que contém hidróxido de cálcio. Tal fato acontece com o Sealapex, muitas vezes classificado como à base de hidróxido de cálcio, quando na verdade é à base de resina de salicilato. O cimento Sealer 26 (Dentsply, Petrópolis, Rio de Janeiro, Brasil) contém hidróxido de cálcio, entretanto é um cimento à base de resina epóxi.

Em 1940 foi descrito o primeiro uso clínico em seres humanos de um cimento contendo hidróxido de cálcio em sua composição para obturação de canais radiculares (LEONARDO; LEAL; SIMÕES FILHO, 1980).

O uso de cimentos contendo hidróxido de cálcio foi proposto na tentativa de melhorar o reparo apical em dentes tratados endodonticamente, característica que se dá pela capacidade de difundir íons para os tecidos periapicais, aumentando o pH na região e favorecendo o reparo. O pH elevado favorece também a ação antimicrobiana e a degradação de lipossacarídeos

bacterianos, induzindo assim a formação de tecido duro e controlando a reabsorção inflamatória (GAVA et al., 2011).

O CRCS (Calcibiotic Root Canal Sealer) – (Coltene, Cuyahoga Falls, Ohio, EUA) é um cimento endodôntico contendo hidróxido de cálcio, e que atualmente não se encontra mais disponível no mercado odontológico. Este cimento foi durante muitos anos classificado como à base de hidróxido de cálcio, quando na verdade a base principal é o óxido de zinco e um éster de resina hidrogenada, conforme especificação do fabricante (LEONARDO, 2005) (LOPES; SIQUEIRA, 2011; COLTENE, 2017). Apresenta baixa toxicidade e boas propriedades de vedação, porém não penetra com profundidade nos túbulos dentinários (SEVIMAY; DALAT, 2003), tem como característica uma baixa ação antimicrobiana quando comparado a outros cimentos e um escoamento adequado de acordo com as normas, porém menor quando comparado a outros materiais (SHAKYA, 2016).

3.7 À BASE DE SILICATO DE CÁLCIO (BIOCERÂMICOS)

Em um passado muito recente surgem os materiais biocerâmicos, utilizados como cimento reparador (ProRoot MTA (Dentsply Sirona, York , PA, USA), MTA-Angelus (Angelus, Londrina, Paraná, Brasil), Biodentine (Septodont, Saint-Maur-des-Fossés, France), Generex A (Dentsply Tulsa Dental Specialties, Tulsa, OK, USA) e como cimentos obturadores do canal radicular (IRoot SP (Innovative Bioceramix Inc, Vancouver, Canada), IRoot BP Plus (Innovative Bioceramix Inc, Vancouver, Canada), Endosequence BC Sealer (Brasseler USA, Savannah, GA, EUA), Biosealer, (MK Life, Porto Alegre, RS Brasil) . Esses materiais provêm do resultado da combinação entre silicato de cálcio e fosfato de cálcio. Em sua composição está descrito na literatura a alumínia, zircônia, vidro bioativo, cerâmica de vidro, hidroxiapatita e fosfato de cálcio. Materiais bioativos, como o vidro resultam em uma composição química e estrutura cristalina semelhante aos materiais de apatita dos dentes e ossos (AL-HADDAD et al., 2016) (JEONG et al., 2017). Bioatividade de acordo com Loushine et al. (2011), é a capacidade do cimento durante o processo de presa de formar hidroxiapatita e assim, influenciar na ligação entre a dentina e o cimento endodôntico.

3.7.1 CIMENTOS BIOCERÂMICOS REPARADORES

O Agregado Trióxido Mineral (MTA) é considerado um material biocerâmico e foi introduzido na odontologia por Mahmoud Torabinejad no ano de 1993 (Lee et al., 1993). Seus principais componentes são o silicato tricálcio, aluminato tricálcio, óxido tricálcio e óxido de silicato, tendo também outros óxidos responsáveis por suas propriedades. As principais moléculas presentes no MTA são os íons cálcio e fósforo, como essas moléculas estão presentes nos tecidos dentais também, dão ao MTA a característica de biocompatibilidade (TORABINEJAD et al., 1995).

De acordo com Silva et al. (2013), o MTA é um material que apresenta um pH de 12,5 (comparável com o do hidróxido de cálcio), tem baixa citotoxicidade e propriedades antimicrobianas satisfatórias. Proporciona como vantagem a capacidade de ser inserido em regiões úmidas, como na presença de sangue. No artigo publicado por Kaur et al. (2017) o tempo de presa inicial do MTA (ProRoot) é entorno de 70 min e o tempo de presa final entorno de 175 min. É um material difícil de ser manuseado e como inconveniente pode ocorrer alteração da cor do dente.

O MTA vem em formato de pó que deve ser utilizado com água destilada, a qual acompanha o produto, na proporção de 3 partes de pó para uma de água, devendo ser manipulado em uma placa de vidro (estéril) por 30 segundos, até que apresente uma consistência arenosa. O cimento deve ser inserido no local imediatamente após ter sido preparado para evitar sua desidratação (FRIDLAND; ROSADO, 2003; PELLICIONI et al., 2007).

O MTA-Angelus (Angelus, Londrina, Paraná, Brasil) é uma marca genuinamente brasileira, enquanto que outras marcas vigentes no mercado são originárias de outros países; Pro Root (Dentsply Sirona, York, PA, USA), CPM Trióxido Mineral Agregado (EGEO S, Argentina), dentre outros.

Generex A, é um cimento à base de silicato de cálcio que tem algumas semelhanças com o MTA, entretanto é misturado com géis ao invés de água. É indicado para obturações retrógradas e perfurações radiculares e, apresenta como vantagem resistência à compressão e boa radiopacidade (JITARU et al., 2016).

3.7.2 CIMENTOS BIOCERÂMICOS OBTURADORES

Os fabricantes têm destacado que os cimentos biocerâmicos empregados para a obturação do canal radicular apresentam excelentes propriedades, físico-químicas e biológica, com pH alcalino, atividade antimicrobiana, radiopacidade e biocompatibilidade, não-tóxicos (CANDEIRO et al., 2012; UTNEJA et al., 2015). São constituídos por partículas de nanoesfera, com uma dimensão não superior a $1,9 \times 10^{-3} \mu\text{m}$. Devido a sua capacidade de penetrar nos túbulos dentinários e interagir com a umidade dentinária, se espera uma ótima estabilidade dimensional e uma menor quantidade de contração (RAZMI et al., 2016).

Quando o efeito antimicrobiano do cimento IRoot SP foi avaliado por Zhang et al. (2009) contra o *E. faecalis* foi constatado a total ausência desses microrganismos após 2 min em contato com o cimento. Quando o cimento BC Sealer foi avaliado, apresentou o efeito antibacteriano dentro dos túbulos dentinários, mesmo após sua presa (WANG; SHEN; HAAPASALO, 2014).

Os cimentos biocerâmicos para obturação do canal radicular por apresentarem grande capacidade de escoamento (TROPE; BUNES; DEBELIAN, 2015), devem ser utilizados em associação à técnica de obturação de cone único em decorrência de ser nanopartículado (ERSAHAN; AYDIN, 2010). Mesmo com a comprovação científica da adesão dentinária destes cimentos, está pode ser prejudicada quando técnicas de obturação termoplastificadas são empregadas. De acordo com DeLong, He e Woodmansey (2015), o calor pode provocar mudanças nas propriedades do cimento, pressupondo que o aquecimento provindo desta técnica possa promover o ressecamento dos túbulos dentinários, e a umidade é de caráter fundamental para a tomada de presa do cimento em decorrência de ser hidrofílico.

Kohli et al. (2015), analisou a alteração de cor da coroa dental através de um espectrofotômetro, quando canais foram obturados com alguns biocerâmicos. Como resultado esses dentes não apresentaram alteração de cor perceptível na estrutura dental quando o cimento foi deixado na câmara pulpar.

No entanto, uma das principais desvantagens é a dificuldade de removê-los do canal radicular quando o dente necessita de retratamento endodôntico (AL-HADDAD et al., 2016). Em estudo realizado Oltra et al. (2017), foi possível

comprovar a dificuldade na remoção do material obturador quando necessário realizar o retratamento. Uma provável hipótese é de que essa dificuldade se dá pelo potencial de aderência às paredes dentinárias dos cimentos biocerâmicos. Uma outra explicação, por ser a formação de um material composto por cálcio e fosfato, ocorrendo assim a precipitação intratubular, responsável pela vedação e ligação dentinária.

Liu et al. (2015), testou o iRoot BP Plus, um novo cimento de cerâmica bioativa à base de silicato de cálcio. Os autores demonstraram que o iRoot BP Plus pode induzir a formação de ponte dentinária reparadora em ratos com polpas expostas mecanicamente.

O IRoot SP é um cimento biocerâmico composto de nanoesferas biocompatíveis como o silicato tri-cálcico, silicato di-cálcico, fosfato de cálcio monobásico, dióxido de silício amorfo e pentóxido de tântalo. Segundo Uzunoglu et al. (2015) este material apresenta excelentes propriedades físicas e antimicrobianas.

O Endosequence BC Sealer é um cimento pré-manipulado, composto por óxido de zircônio, silicatos de cálcio, fosfato de cálcio (monobásico), hidróxido de cálcio e agentes espessantes (SINGH et al., 2016). É um material que toma presa na presença de umidade, sendo assim, a umidade presente nos túbulos dentinários é ideal, pois a dentina é composta por 20% (em volume) de água (RAZMI et al., 2016).

Biodentine, é um cimento a base de silicato tricálcio, que promove a mineralização junto à polpa através da formação de pontes dentinárias. Vendido em cápsula de dose única, deve ser misturado em um amalgamador por 30 segundos. Apresenta-se na forma de líquido: água, cloreto de cálcio (usado como acelerador de presa) e um policarboxilato modificado (superplastificante), pó: silicato tricálcio, carbonato de cálcio e óxido de zircônio (KOHLLI et al., 2015).

O Biosealer é um cimento biocerâmico, desenvolvido para a obturação dos canais radiculares. De acordo com o fabricante, é um cimento insolúvel, radiopaco, sem alumínio e que contém silicato de cálcio, exigindo assim, a presença de umidade para tomada de presa. É composto também por óxido de zircônio, silicato tri-cálcio, silicato di-cálcio e hidróxido de cálcio.

Sendo um material de uso endodôntico recentemente lançado no mercado nacional, parece prudente testar este novo cimento endodôntico com relação as propriedades físico químicas.

4 OBJETIVOS

4.1 GERAL

Avaliar as propriedades físico-químicas de uma nova formulação de cimento biocerâmico (Biosealer MK Life).

4.2 ESPECÍFICOS

- Avaliar a solubilidade, em água destilada, do cimento biocerâmico em um período de 7 dias.
- Avaliar os tempos de presa inicial e final do cimento biocerâmico.
- Avaliar o pH do cimento biocerâmico nos períodos de 1, 24, 72 e 168 horas.
- Avaliar a liberação de íons cálcio, em meio aquoso, do cimento biocerâmico, nos períodos de 1, 24, 72 e 168 horas.
- Avaliar a radiopacidade do cimento biocerâmico.
- Avaliar o escoamento do cimento biocerâmico.

5 SCIENTIFIC ARTICLE

MENDES, A. T., SILVA, P. B., SÓ, B. B., HASHIZUME, L. N., VIVAN, R. R., ROSA, R. A., DUARTE, M. A. H., SÓ, M.V.R. Physicochemical properties of a new bioceramic root canal sealer. (Formatted according to the rules of the Clinical Oral Investigations).

Physicochemical properties of a new bioceramic root canal sealer

Abstract

Objectives: This study aimed to evaluate the physicochemical properties of a calcium silicate-based sealer (Biosealer, MK Life, Porto Alegre, Brazil) compared with an epoxy-resin sealer (AH Plus, Dentsply DeTrey GmbH, Konstanz, Germany). **Materials and Methods:** Calcium ion release and pH were evaluated by filling polyethylene tubes with sealers and then immersing them in 10 mL of deionized water. Following experimental periods of 1, 24, 72 and 168 hours, the samples were measured in terms of pH and calcium ion release with a pH meter and a colorimetric spectrophotometer, respectively. Rings of 10 mm in diameter with 1 mm thickness were prepared to analyze the radiopacity, solubility and initial and final setting time. Radiopacity values were determined according to the radiographic density and converted into millimeters of aluminum (mm Al) (ISO 6876:2012 and ADA n.57). For the solubility test, the initial weight was measured before an immersion in 50 mL distilled water for 7 days. Then, the final weight was measured after dehumidification (ISO 6876:2012). Initial and final setting times were determined using 100 g (ISO 6876:2012) and 456.3 g Gilmore needles (ASTM C266:03), respectively. Flow was examined based on ISO 6876:2001. The data were analyzed by variance analysis, Student-T and Tukey tests ($P < 0.05$). **Results:** The calcium ion release and pH values were significantly higher for the Biosealer compared with the AH Plus ($P < 0.05$). Lower values of radiopacity, flow and setting time were observed for the bioceramic sealer than for AH Plus ($P < 0.05$). Biosealer exhibited higher solubility compared with AH Plus ($P < 0.05$). **Conclusions:** Biosealer exhibited good physicochemical properties, including pH, calcium release, flow, radiopacity and setting time. This new bioceramic sealer exhibited higher solubility than the predicted in ISO 6876:2012. **Clinical relevance:** The new endodontic sealer can be a good alternative for AH Plus as soon as its biological properties are confirmed.

Key words: Bioceramic sealer, endodontic sealer, calcium silicate-based sealer, physicochemical properties of sealers.

Introduction

Endodontic sealers aim to fill up the gaps between gutta-percha cones and root canal walls as well as to seal root canal irregularities to avoid the entrance of microorganisms into the root canal system [1].

Calcium silicate-based sealers, usually known as bioceramic sealers, were introduced to dentistry marketing as an alternative endodontic sealer. This material originally came from a combination of calcium silicate and calcium phosphate [2]. The composition of bioceramic sealers might contain aluminum, zirconia, bioactive glass, glass ceramics and hydroxyapatite [3]. This material has an alkaline pH, antimicrobial action and biocompatibility. During the setting process, the ability to form hydroxyapatite enables the sealer to attach to the dentine [4]. In a recent systematic review of laboratory research, the authors compared the physicochemical and biological properties of bioceramic sealers with those of conventional sealers [5]. Generally, the results were similar or better for the bioceramic sealers when analyzed *in vitro* or *in vivo* with laboratory animals.

In accordance to the manufacturer, Biosealer [6] is a bioceramic sealer insoluble, radiopaque and that contains no aluminum in its composition. However, it contains calcium silicate, which requires the presence of humidity for the setting process.

AH Plus (Dentsply DeTrey GmbH, Konstanz, Germany) is a resin epoxy-based sealer that is considered to be the gold standard clinical practice due to its physicochemical and biological properties [5,7,8]. It presents good dimensional stability in the long term, good dentine adhesion, flow and biocompatibility [9].

Therefore, this study aimed to evaluate the physicochemical properties (i.e., solubility, flow, radiopacity, setting time, pH and calcium release) of a new formulation for bioceramic sealers (Biosealer, MK Life) in comparison to AH Plus sealer (Dentsply DeTrey GmbH).

Materials and Methods

One commercial brand of bioceramic sealer (Biosealer) and one brand of epoxy resin-based sealer (AH Plus) were tested. All materials were placed in an analytic scale to measure their weight according to the manufacturers' specifications.

pH and calcium ion release

To determine the pH and calcium ion release of Biosealer and AH Plus sealers, 5 specimens for each group were produced ($n = 5$) with polyethylene tubes (length of 10

mm and internal diameter of 1.3 mm) with a closed end. The sealers were inserted inside the tubes using 1 mL syringes until they were completely filled. Each specimen was placed in a flask containing 10 mL deionized water and stored at 37°C. The pH assessment was performed after 1, 24, 72 and 168 hours of immersion. Previously to the readings, the sealer samples were removed from the flasks and the solutions were agitated for 5 seconds. The pH was measured with a digital pH meter (Digimed DM-22, São Paulo, São Paulo, Brazil) calibrated with solutions with known pH (4, 7 and 14). The control for the method was based on the reading of pH values of the deionized water in which no samples was immersed.

The calcium ion release assessment was performed at the same experimental periods used for pH analysis (i.e. 1, 24, 72 and 168 hours). The calcium levels contained in the collected samples were examined with a colorimetric method using the arsenazo II reagent [10].

Flow

According to ISO 6876:2001 [11], specimens were produced ($n = 3$) for each sealer. Subsequently, 0.5 ± 0.05 mL sealer was placed on a glass plate with dimensions of 40 mm (height) x 40 mm (width) x 5 mm (thickness) using a 1 mL disposable syringe. Next, another glass plate of the same dimensions was placed over the sealer, and a 100 g load was centrally applied to the material for 10 minutes. After the force load ceased, the longest and the shortest diameter of the sealer disks produced were measured using a digital caliper (Digimess, São Paulo, São Paulo, Brazil). If the difference between the two diameters was greater than 1 mm, the test was conducted again. The flow values were obtained from the mean values of the three tests performed for each group.

Solubility

Three specimens of 10 mm in diameter and 1 mm in height [12] were produced for each group to determine the solubility. After the sealers' setting processes the specimens were removed from the impressions and every remaining particle on the surface of the disks was removed using a microbrush. The samples were weighed on an analytic scale (Shimadzu, Tokyo, Japan) with a precision of 0,001 g and then placed in Falcon tubes (Labor Import, Osasco, São Paulo, Brazil) with 50 mL distilled water. The tubes were then closed for 7 days (168 h). The specimens were inserted using a nylon thread, which allowed the sample to be hung and immersed in the distilled water without

touching the Falcon tube walls for the entire experimental period. After 168 h, the specimens were removed from the tubes, gently washed with distilled water, dried with absorbent papers, placed in a dehumidifier for 24 h and then re-weighed to obtain their final weights. Solubility was obtained by calculating the weight loss after the immersion.

Radiopacity

In accordance with ISO 6876:2012 [12], three specimens were produced for each group. After sealer manipulation, the specimens were introduced into a matrix of 10 mm in diameter and 1 mm in height for sample production. After the setting process, the samples were laterally placed on both sides of a periapical radiographic film close to an aluminum scale that was centrally placed. This scale had a thickness that varied from 0.5 to 5 mm. Following the radiography procedure using a Timex 70E X-ray device (Saevo, Ribeirão Preto, São Paulo, Brazil) with an exposure time of 0.1 s, images were digitalized in a Vista Scan Mini Easy system (Durr Dental, Bietigheim-Bissingen, Germany) and analyzed with ImageJ software (Research Services Branch, National Institutes of Mental Health, Bethesda, Maryland, USA). The grey levels (pixel densities) of the aluminum scale and the samples in a 1.5 mm² standardized area were calculated in terms of their mean values and standard deviations. The radiopacity value was determined according to the radiographic density, which was also converted into millimeters of aluminum (mm Al). Conversion was performed as described by Duarte and others [13].

Setting time

The setting time of the sealers was determined according to ISO 6876:2012 [12] and the ASTM C266-03 [14]. Three specimens, measuring 10 mm in diameter and 2 mm in height, were produced for each sealer (n = 3). The sealers were manipulated according to the manufacturers' specifications for 120 seconds and inserted inside the matrix at a temperature of 37°C and air humidity of 95%. Thirty seconds after insertion inside the matrix, a 100 g Gilmore needle with a 2 mm active tip was vertically placed on the sealer surface. This procedure was repeated every 60 s until sealer surface was no longer marked, and this point defined the initial setting time. The evaluation of the final setting time began immediately after the initial setting time was defined. At this point, a 456.5 g Gilmore needle with a 1.0 mm active tip was vertically positioned on the sealer surface. The same interval of repetitions that was used to determine the initial setting time was applied to determine the final setting time.

Statistical analysis

The pH and calcium ion release values were statistically compared using 1-way analysis of variance (ANOVA) and Tukey test. Flow, solubility, radiopacity and initial and final setting times were analyzed using Student-T test. The significance level was set at 5%.

Results

The pH values, calcium ion release, flow, solubility, radiopacity and initial and final setting times are summarized in Table 2. According to the pH and calcium ion release tests, the values observed for Biosealer were significantly higher than for AH Plus ($P < 0.05$). The flow, radiopacity and setting time tests produced lower values for the bioceramic sealer than for AH Plus ($P < 0.05$). On the other hand, Biosealer had a higher solubility than the AH Plus sealer ($P < 0.05$). Furthermore, Biosealer exhibited higher solubility than that recommended by ISO 6876:2012 (12).

Discussion

The tested materials in this study were two endodontic sealers, one of which was epoxy resin-based, and the other was a tri-calcium silicate. AH Plus is an epoxy resin-based sealer that was included in this research as a control because it has been considered to be the gold standard for comparison in studies of other endodontic sealers. Biosealer is a new formulation of bioceramic sealer that is composed of tri-calcium silicate, di-calcium silicate, zirconium oxide, and calcium hydroxide and has propylene glycol as a carrier.

In the present study, the tri-calcium silicate-based sealer exhibited significantly higher pH values than the epoxy resin-based sealer in all experimental periods ($P < 0.05$). Similarly, Zhou and others [15] found lower pH values for the AH Plus in comparison with two bioceramic sealers up to 800 h of evaluation. Biosealer presented an alkaline pH (ranging from 9.09 to 10.05) that remained stable for 168 h (7 days). The alkalizing effect can be explained by the presence of calcium hydroxide in the matrix composition of this material. Accordingly, the results for the pH values for the bioceramic sealer and AH Plus in this study were similar to those reported by Khalil and others [7].

Biosealer presented higher calcium ion release than AH Plus in all experimental periods ($P < 0.05$). This study used the colorimetric method to evaluate this outcome. When Ca^{++} values are extremely low, the results of this method are expressed in values

close to zero, which justified the results obtained in 168 h for AH Plus. Other studies have also found higher levels of calcium ion release for bioceramic sealers compared with others sealers, even including AH Plus [4,16]. According to Parirokh and Torabinejad [17], the presence of calcium may favor an alkaline pH, which leads to a biochemical effect that accelerates the healing process.

The flow of Biosealer was slightly lower than that of AH Plus ($P < 0.05$), yet both of the sealers met the ISO 6876:2012 [12] specification. This result is not in accordance with the results of other previous studies [4,15]. Although good flow contributes to good penetration into the dentine tubules, it is essential to emphasize that excessive flow might cause leaks into the periapical tissues, which, depending on how cytotoxic the material is, might complicate the healing process [18]. Furthermore, some authors highlight that it is not crucial that the flow of bioactive sealers are in agreement with the ISO regulations [7,19]. This thought is based on their bioactivity, once mineral infiltration zone is formed and the sealer becomes part of the dentine [19]. Thus, thicker film thickness may not impair the sealing ability of root canal fillings performed using bioactive sealers [7].

Solubility is a property that is straight forwardly related to the dissociation of material components by contact actions with surrounding liquids [20]. In this study, the solubility of Biosealer was higher than that of AH Plus ($P < 0.05$), and it was not in accordance with the ISO 6876:2012 [12] specifications. A possible explanation for this observation might be the fact the characteristics of hydrophilic materials may be altered due to humidity [21]. Consequently, it might be inferred that, clinically, tissue fluids do not wait until the setting process is complete to wet the material. Therefore, the solubility index that occurs clinically is not the same as that obtained in laboratory conditions. As observed in the present study, Zhou and others [15] also demonstrated that their tested bioceramic sealer (BC Sealer; Brasseler USA, Savannah, GA) exhibited higher solubility values than their other tested materials, which included AH Plus.

Radiopacity is an essential property of endodontic sealers because it allows for the visualization of filling content and the radiographic evaluation of filling quality. According to international standards, endodontic sealers must present a minimum radiopacity equal to 3.00 mm of aluminum [22]. Comparison of the radiopacities of the two sealers revealed that Biosealer (3.67 mmAl) was less radiopaque than AH Plus (8.05 mmAl) ($P < 0.05$). In agreement with the present study, previous research has also reported lower radiopacity values for bioceramic sealers than for AH Plus [4,7]. Although the compositions of both sealers contain zirconium oxide, this difference might be

explained by the presence of two radiopacifiers in the composition of AH Plus (i.e., calcium tungstate and zirconium oxide).

The setting time for an endodontic sealer should not be too long to avoid enabling its solubilization by the periapical tissues, which would lead to sealing failure. Additionally, the setting time should not be too short because that might interfere and complicate filling methods by decreasing the working time. In the present study, the setting time was defined following the ISO 6876:2012 [12] and the ASTM C266-03 [14] recommendations using 100 and 456.3 g Gilmore needles. This process allowed for the initial and final setting times of the tested sealers to be determined. The Biosealer presented shorter initial and final setting times than did AH Plus ($P < 0.05$). Duarte and others [18] described setting time values similar to those obtained in this study for AH Plus. Additionally, another bioceramic sealer (EndoSequence BC) exhibited shorter setting time values than AH Plus and other sealers that were similar to the values observed in the present study [15].

Biosealer exhibited good physicochemical properties, such as pH, calcium ion release, flow, radiopacity and setting time. This new bioceramic sealer exhibited higher solubility than recommended by ISO 6876:2012 [12].

Table 1 – Chemical compositions of the sealers.

AH Plus		Biosealer
Paste A	Paste B	
Bisphenol-A epoxy resin Bisphenol-F epoxy resin	Adamantane amine N, N “-Dibenzyl-5-oxanoname diamine-1.9	Calcium silicate Zirconium oxide
Calcium tungstate	TCD – Diamina	Tri-calcium silicate
Zirconium oxide Silica Iron Oxide	Calcium tungstate Zirconium oxide Silica Silicone oil	Calcium silicate Calcium hydroxide

Table 2 – Means and statistical comparisons of the pH values, calcium ion release (mg/L), flow (mm), solubility (g), radiopacity (mm/Al) and initial and final setting times (hours and minutes).

	AH Plus	Biosealer
pH – 1h	8.95 ^A ± 0.16	9.47 ^B ± 0.38
pH – 24h	7.70 ^A ± 0.29	9.58 ^B ± 0.81
pH – 72h	7.89 ^A ± 0.44	10.05 ^B ± 1.17
pH – 168h	8.17 ^A ± 0.32	9.09 ^B ± 0.88
Calcium ion release – 1h	30.01 ^A ± 4.52	196.6 ^B ± 33.4
Calcium ion release – 24h	61.23 ^A ± 6.31	379.4 ^B ± 33.8
Calcium ion release – 72h	46.70 ^A ± 3.98	392.4 ^B ± 43.8
Calcium ion release – 168h	0.0 ^A ± 0.01	340.9 ^B ± 43.8
Flow	32.25 ^A	29.73 ^B
Solubility	0.001 ^A	0.017 ^B
Radiopacity	8.05 ^A	3.67 ^B
Initial setting time	10h 17min ^A	50min ^B
Final setting time	14h 29min ^A	3h 13min ^B

Footnote: Uppercase letters denote significant differences in the line. The pH and calcium ion release values were statistically compared using 1-way ANOVA and Tukey test. Flow, solubility, radiopacity and initial and final setting times were compared using Student-T test. The significance level was set at 5%.

Conflict of interest

The authors deny any conflicts of interest related to this study.

Compliance with Ethical Standards

Conflict of Interest:

Aline Teixeira Mendes declares that she has no conflict of interest.

Paula Barcellos da Silva declares that she has no conflict of interest.

Bruna Barcelos Só declares that she has no conflict of interest.

Lina Naomi Hashizume declares that she has no conflict of interest.

Rodrigo Ricci Vivan declares that he has no conflict of interest.

Ricardo Abreu da Rosa declares that he has no conflict of interest.

Marco Antonio Húngaro Duarte declares that he has no conflict of interest.

Marcus Vinícius Reis Só declares that he has no conflict of interest.

Funding: This work was supported the authors.

Ethical approval: This article does not contain any studies with human participants or animals performed by any of the authors.

Informed consent: For this type of study, formal consent is not required.

References

1. Ahuja L, Jasuja P, Verma KG, Juneja S, Mathur A, Walia R, Kakkar A, Singla M (2016) A comparative evaluation of sealing ability of new MTA based sealers with conventional resin based sealer: an in-vitro study. *Clin Diagn Res* 10:ZC76-9.
2. Loushine BA, Bryan TE, Looney SW, Gillen BM, Loushine RJ, Weller RN, Pashley DH, Tay FR (2011) Setting properties and cytotoxicity evaluation of a premixed bioceramic root canal sealer. *J Endod* 37:673-7.
3. Utneja S, Nawal RR, Talwar S, Verma M (2015) Current perspectives of bio-ceramic technology in endodontics: calcium enriched mixture cement - review of its composition, properties and applications. *Restor Dent Endod* 40:1-13.
4. Candeiro GT, Correia FC, Duarte MA, Duarte MA, Ribeiro-Siqueira DC, Gavini G (2012) Evaluation of radiopacity, pH, release of calcium ions, and flow of a bioceramic root canal sealer. *J Endod* 38:842-5.
5. Almeida LH, Moraes RR, Morgental RD, Pappen FG (2017) Are premixed calcium silicate-based endodontic sealers comparable to conventional materials? A systematic review of in vitro studies. *J Endod* 43:527-535.
6. MK LIFE [homepage]. Porto Alegre – Brazil, Available from: <http://www.mklife.com.br/Loja/Produtos/Detalhes.asp?Cod=1598>. 2017 [cited 2017 Jul 09]
7. Khalil I, Naaman A, Camilleri J (2016) Properties of tricalcium silicate sealers. *J Endod* 42:1529–1535.
8. Reszka P, Nowicka A, Lipski M, Dura W, Drożdżik A, Woźniak K (2016) A comparative chemical study of calcium silicate-containing and epoxy resin-based root canal sealers. *Biomed Res Int* 2016:9808432.
9. Arias-Moliz MT, Ruiz-Linares M, Cassar G, Ferrer-Luque CM, Baca P, Ordinola-Zapata R, Camilleri J (2015) The effect of benzalkonium chloride additions to AH Plus sealer. Antimicrobial, physical and chemical properties. *J Dent* 43:846-54.
10. Vogel GL, Chow LC, Brown WE (1983) A microanalytical procedure for the determination of calcium, phosphate and fluoride in enamel biopsy samples. *Caries Res* 17:23-31.

11. International Organization for Standardization ISO 6876:2001 Dental root canal sealing materials. Geneva, Switzerland: International Organization for Standardization; 2001.
12. International Organization for Standardization. International Standard ISO 6876:2012: Dental root canal sealing materials. Geneva: International Organization for Standardization; 2012.
13. Duarte MA, Kadre GD, Vivian RR, Guerreiro Tanomaru JM, Tanomaru Filho M, de Moraes IG (2009) Radiopacity of Portland cement associated with different radiopacifying agents. *J Endod* 35:737-40
14. American Society for Testing and Materials (ASTM) Standard test method for time and setting of hydraulic-cement paste by Gilmore needles, ASTM C266-03. Philadelphia: ASTM; 2000.
15. Zhou HM, Shen Y, Zheng W, Li L, Zheng YF, Haapasalo M (2013) Physical properties of 5 root canal sealers. *J Endod* 39:1281-6.
16. Borges RP, Sousa-Neto MD, Versiani MA, Rached-Júnior FA, De-Deus G, Miranda CE, Pécora JD (2011) Changes in the surface of four calcium silicate-containing endodontic materials and an epoxy resin-based sealer after a solubility test. *Int Endod J* 45:419-28.
17. Parirokh M, Torabinejad M (2010) Mineral trioxide aggregate: a comprehensive literature review—part I: chemical, physical, and antibacterial properties. *J Endod* 36:16-27.
18. Duarte MAH, Ordinola-Zapata R, Bernardes RA, Bramante CM, Bernardineli N, Garcia RB, de Moraes IG (2010) Influence of calcium hydroxide association on the physical properties of AH Plus. *J Endod* 36:1048-1051.
19. Viapiana R, Moizadeh AT, Camilleri L, Wesselink PR, Tanomaru Filho M, Camilleri J (2016) Porosity and sealing ability of root fillings with gutta-percha and BioRoot RCS or AH Plus sealers. Evaluation by three ex vivo methods. *Int Endod J* 49:774-82.
20. Vivian RR, Zapata RO, Zeferino MA (2010) Evaluation of the physical and chemical properties of two commercial and three experimental root-end filling materials. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod* 110:250-6.
21. Al-Haddad A, Che Ab Aziz ZA (2016) Bioceramic-based root canal sealers: a review. *Int J Biomater* 2016:1-10.
22. Silva EJ, Rosa TP, Herrera DR, Jacinto RC, Gomes BP, Zaia AA (2013)

Evaluation of cytotoxicity and physicochemical properties of calcium silicate-based endodontic sealer MTA Fillapex. *J Endod* 39:274-7.

6 CONSIDERAÇÕES FINAIS

O Biosealer é um cimento biocerâmico à base de silicato di-cálcico, silicato tri-cálcico, óxido de zircônio, hidróxido de cálcio, em veículo de propilenoglicol, que, segundo especificações do fabricante (MK Life, Porto Alegre, RS Brasil) caracteriza-se pela propriedade de liberar íons Ca^{++} ao meio, favorecendo o reparo periapical. Para melhor análise das propriedades físico-químicas deste material, o presente estudo buscou analisar e comparar as propriedades de liberação de Ca^{++} , pH, escoamento, solubilidade, radiopacidade e tempo de presa, em relação ao cimento à base de resina epóxi Ah Plus.

Os valores médios do pH do silicato tri-cálcico demonstraram-se mais alcalinos do que o do AH Plus ($P < 0,05$). Este valor de pH para silicato tri-cálcico se manteve estável nos 7 primeiros dias. O efeito alcalinizante pode ser explicado pela presença do hidróxido de cálcio presente na matriz do material. Os resultados de pH deste estudo, para o cimento biocerâmico e para o AH Plus, estão de acordo com o achado no estudo de Khalil, Naaman e Camilleri (2016). Vivan et al. (2010) e Lee et al. (2017) demonstraram valores médios de pH, nos diferentes tempos experimentais, para o cimento AH Plus, semelhantes ao obtido neste estudo.

O cimento endodôntico Biosealer com relação a liberação de Ca^{++} apresentou maior liberação de cálcio do que quando comparado ao cimento AH Plus. Neste estudo foi utilizado o método colorimétrico para avaliação da liberação de íons cálcio. Quando os valores de Ca^{++} são extremamente baixos, os valores expressos por este método podem apresentar-se próximos do zero, justificando os resultados observados no último tempo experimental. Outros estudos também encontraram maior liberação de cálcio para cimentos biocerâmicos que outros cimentos, inclusive o AH Plus (BORGES et al. 2011; CANDEIRO et al., 2012). Segundo Parirokh e Torabinejad (2010) a presença de cálcio pode favorecer o pH alcalino do meio, contribuindo para um efeito bioquímico que poderá acelerar o processo de reparo.

O escoamento do cimento Biosealer e do cimento AH Plus atenderam as especificações da ISO 6876:2001, em que o valor mínimo de escoamento aceitável é de 20 mm, porém o Biosealer demonstrou um resultado ligeiramente

menor do que o AH Plus. Estes resultados não são consoantes com os estudos de Candeiro et al. (2012) e Zhou et al. (2013). Apesar de um bom escoamento contribuir para a boa penetração do cimento nos túbulos dentinários, é importante salientar que um cimento com excessivo escoamento pode extrair para os tecidos periapicais e, dependendo da citotoxicidade, dificultar o processo de reparo (DUARTE et al., 2010). Além disso, alguns autores salientam que a conformidade do escoamento de cimentos bioativos às normas ISO pode não ser tão importante (KHALIL; NAAMAN; CAMILLERI, 2016), uma vez que estes cimentos podem não ter sua capacidade de selamento do sistema de canais prejudicada em função de reagirem ativamente com a dentina radicular formando uma zona de infiltração mineral (ATMEH et al., 2012).

A solubilidade é uma propriedade diretamente relacionada à dissociação dos constituintes do material pela ação de contato com o líquido circundante (VIVAN et al., 2010). Neste estudo a solubilidade do Biosealer foi maior do que a do AH Plus e não atendeu a especificação da ISO 6876:2012. Uma possível explicação para este fato é que materiais hidrofílicos podem ter algumas de suas características alteradas em função da umidade (AL-HADDAD; AZIZ, 2016). Sendo assim, imagina-se que clinicamente os fluidos teciduais não esperam a presa do material para molhá-lo e, por isso, índices de solubilização que ocorrem clinicamente são diferentes dos obtidos nas condições laboratoriais. A exemplo do observado no estudo de Zhou et al. (2013), onde mostram que o cimento biocerâmico por eles testado (BC Sealer; Brasseler USA, Savannah, GA) apresentou maiores valores de solubilidade entre os materiais testados, incluindo o AH Plus.

A radiopacidade consiste em uma importante propriedade dos cimentos endodônticos uma vez que permite a visualização da massa obturadora e determinação radiográfica da qualidade da obturação. De acordo com padrões internacionais, cimentos endodônticos devem apresentar radiopacidade mínima equivalente a 3.00 mmAL (SILVA et al., 2013; CANDEIRO et al., 2012). Quando foi comparada a radiopacidade entre os dois cimentos o Biosealer se mostrou menos radiopaco do que o AH Plus, que é conhecido pela sua excepcional radiopacidade. De acordo com o presente estudo, investigações prévias também mostraram menor radiopacidade para os biocerâmicos quando comparados com o AH Plus (CANDEIRO et al., 2012; KHALIL; NAAMAN; CAMILLERI, 2016).

Embora ambos apresentem o óxido de zircônio na composição, essa diferença pode ser explicada pela presença de dois radiopacificadores na composição do AH Plus (tungstato de cálcio e óxido de zircônio) e provável diferença na quantidade. De acordo Com Zhang et al. (2009), a radiopacidade está diretamente relacionada a quantidade e proporção do agente radiopacificador.

O tempo de presa ideal de um cimento endodôntico deve permitir um tempo de trabalho adequado ao profissional, não deve ser tão extenso para não permitir sua solubilização pelos tecidos periapicais e ocasionar toxicidade, prejudicando o selamento, nem tão curto que dificulte a técnica obturadora pela diminuição do tempo de trabalho (AL-HADDAD; AZIZ, 2016). No presente estudo o tempo de presa foi testado seguindo a recomendação da ISO 6876:2012 e ASTM C266-07, utilizando-se agulhas Gilmore de 100 e 456,3 g, armazenados a uma temperatura de 37°C com 95% de umidade que possibilitaram a verificação do tempo de presa inicial e final dos cimentos testados. O cimento biocerâmico Biosealer apresentou tempo de presa inicial e final menores do que o AH Plus. Duarte et al. (2010) relataram valores de tempo de presa para o AH Plus próximos aos observados neste estudo. A quantidade de umidade tem caráter crucial na definição de tempo de presa dos cimentos biocerâmicos. À semelhança deste estudo, outro cimento biocerâmico (EndoSequence BC) mostrou tempo de presa de 4 horas em canais úmidos (AL-HADDAD; AZIZ, 2016) e menor do que o AH Plus (ZHOU et al., 2013).

O cimento Biosealer demonstrou boas propriedades físico-químicas tais como; pH, liberação de cálcio, escoamento, radiopacidade e tempo de presa. Esse novo cimento biocerâmico apresentou uma maior solubilidade do que a prevista na ISO 6876:2012.

7 CONCLUSÕES

Diante das condições experimentais e dos resultados obtidos no presente estudo, é lícito concluir que:

1. O Biosealer promoveu um pH alcalino que se manteve estável ao longo de 7 dias.
2. O Biosealer promoveu elevados valores de liberação de cálcio em todos os tempos experimentais.
3. O escoamento está em concordância com as exigências da ISO 6876:2001.
4. A radiopacidade atendeu as normas da ISO 6876/2012.
5. Tempo de presa esteve de acordo com o relatado pelo fabricante, não tendo variância maior do que 10% como a ANSI/ADA estabelece.
6. O teste de solubilidade não atendeu a especificação da ISO 6876:2012.

REFERÊNCIAS

AHUJA, L. A Comparative Evaluation of Sealing Ability of New MTA Based Sealers with Conventional Resin Based Sealer: An In-vitro Study. **J Clin Diagn Res**, Delhi, v. 10, n. 7, p.1-8, jul. 2016.

AL-HADDAD, A.; AZIZ, Z. A. C. A. Bioceramic-Based Root Canal Sealers: A Review. **Int J Biomater**, Baltimore, v. 2016, p.1-10, 2016.

ALLAN, N. A, et al. Setting time for endodontic sealers under clinical usage and in vitro conditions. **J Endod**, Baltimore, v. 27, n. 10, p.421-423, jun. 2001.

American National Standards/American Dental Association – ANSI/ADA. Specification n. 57 for Endodontic filling materials. 2000.

American National Standards/American Dental Association – ANSI/ADA. Specification n. 57 for Endodontic filling materials. 1994.

American National Standards/American Dental Association – ANSI/ADA. Specification n. 57 for Endodontic filling materials. 1984.

ANGELUS [homepage] – Londrina – PR. Disponível em: <<http://www.angelus.ind.br/MTA-Fillapex-11.html>> Acesso em: 24 set. 2017.

ARIAS-MOLIZ, M.T. et al. The effect of benzalkonium chloride additions to AH Plus sealer. Antimicrobial, physical and chemical properties. **J Dent**, Oxford, v. 43, n. 7, p.846-854, jul. 2015.

ASSMANN, E. et al. Evaluation of Bone Tissue Response to a Sealer Containing Mineral Trioxide Aggregate. **J Endod**, Baltimore, v. 41, n. 1, p.62-66, jan. 2015.

Standard test method for time of setting of hydraulic cement paste by Gilmore needles. **ASTM standard C266-07**. Annual book of ASTM standards. West Conshohocken. 2007.

ATMEH, A. R. et al. Dentin-cement interfacial interaction: calcium silicates and polyalkenoates. **J Dent Res**, Washington v. (91), n. (5), p.454-59, mai. 2012.

BIOCLIN [homepage] – Belo Horizonte – MG. Disponível em: <http://www.bioclin.com.br/sitebioclin/wordpress/wp-content/uploads/arquivos/instrucoes/INSTRUCOES_CALCIO_ARSENAZO_III.pdf> Acesso em: 24 set. 2017.

BORGES, R. P. et al. Changes in the Surface of four Calcium Silicate-containing Endodontic Materials and an Epoxy Resin-based Sealer after a Solubility Test. **Int Endod J**, Oxford, v. 45, n. 5, p.419-428, dez. 2011.

BÓRIO, C. C. et al. Subcutaneous connective tissue reactions to iRoot SP, mineral trioxide aggregate (MTA) Fillapex, DiaRoot BioAggregate and MTA. **Int Endod J**, Oxford, v. 47, n. 7, p.667-674, 15 nov. 2013.

BRANSTETTER J.; FRAUNHOFER, J. A. The physical properties and sealing action of endodontic sealer cements: a review of the literature. **J Endod**, Baltimore, v. 8, n.7, p.312-316. 1982.

BUENO, C. E. S; PELEGRINE, R. A. **Excelência em Endodontia Clínica**. São Paulo: Quintessence, 2017. 217 p.

CALLAHAN J. R. Rosin solution in root filling. **Summary**, v. 34, p.775. 1914.

CANDEIRO, G. T. M. et al. Evaluation of Radiopacity, pH, Release of Calcium Ions, and Flow of a Bioceramic Root Canal Sealer. **J Endod** Baltimore, v. 38, n. 6, p.842-845, jun. 2012.

CASTELUCCI, A. **Endodontics**. Firenze: Il Tridente, 2004. v.2, p.606.

CHAIN, M. C. et al. **Materiais Dentários**. São Paulo: Artes Médicas Ltda, 2013. 12 p.

CHÁVEZ-ANDRADE, G. M. et al. Evaluation of the physicochemical properties and push-out bond strength of mta-based root canal cement. **J Contemp Dent Pract**, Nova Delhi, v. 14, n. 6, p. 1094-1099, nov. 2013.

COLLADO-GONZÁLEZ, M. et al. Cytotoxicity of GuttaFlow Bioseal, GuttaFlow2, MTA Fillapex, and AH Plus on Human Periodontal Ligament Stem Cells. **J Endod**, Baltimore, v. 43, n. 5, p.816-822, mai. 2017.

COLTENE [homepage]. Ohayo – EUA. Disponível em: <<https://nam.coltene.com/pim/DOC/IFU/docifu40002259d-crcs-ifusallaindv1.pdf>> Acesso em: 24 set. 2017.

COOLIDGE, E. D, The status of pulpless teeth as interpreted by tissue tolerance and repair following root canal therapy. **J Am Dent Assoc**, Londres, v. 20, p. 2216 - 2228, 1933.

DELONG, C.; HE, J.; WOODMANSEY, K. F. The Effect of Obturation Technique on the Push-out Bond Strength of Calcium Silicate Sealers. **J Endod**, Baltimore, v. 41, n. 3, p.385-388, mar. 2015.

DENTSPLY BRASIL [homepage]. Konstanz – Alemanha. Disponível em:<http://www.dentsply.com.br/isogesac/hisows_portal.aspx?1,5,3,Produto,63,33>. Acesso em: 24 ago. 2017.

DUARTE, M. A. H.; DEMARCHI, A. C. C. de O.; MORAES, I. G. de. Determination of pH and calcium ion release provided by pure and calcium hydroxide-containing AHPlus. **Int Endod J**, Oxford, v. 37, n. 1, p.42-45, jan. 2004.

- DUARTE, M. A. H. et al., Influence of Calcium Hydroxide Association on the Physical Properties of AH Plus. **J Endod** Baltimore, v. 36, n. 6, p.1048-1051, jun. 2010.
- ERSAHAN, S.; AYDIN, C. Dislocation Resistance of iRoot SP, a Calcium Silicate–based Sealer, from Radicular Dentine. **J Endod** Baltimore, v. 36, n. 12, p.2000-2002, dez. 2010.
- FARAONI, G. et al. Avaliação comparativa do escoamento e tempo de presa do cimento MTA Fillapex®. **RFO UPF**, Passo Fundo, v. 18, n. 2, p.180-184, mai-ago. 2013.
- FRANCKE, O. C. Capping of the living pulp: from Philip Pfaff to John Wessler. **Bull His Dent**, Batavia, v.19, n. 2, p. 17-23, 1971.
- FRIDLAND, M; ROSADO, R. Mineral Trioxide Aggregate (MTA) Solubility and Porosity with Different Water-to-Powder Ratios. **J Endod** Baltimore, v. 29, n. 12, p.814-817, dez. 2003.
- GAVA, E. et al. Potencial do MTA e Sealapex Agregado ao MTA no selamento apical. **ROBRAC**, Goiás v. 20, n. 53, p.155-159, jul. 2011.
- GROSSMAN L. I. An improved root canal cement. **J Am Dent Assoc**, Chicago, v. 56, n. 3, p.381-385, 1958.
- HADDAD FILHO, M. S. **Endodontia de Vanguarda**. 1ºed. São Paulo: Napoleão Ltda, 2015. 242 p.
- INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. **ISO 6876**: Dental Root Canal Sealing Materials. Geneva: International Organization for Standardization; 2001
- INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. International Standard **ISO 6876**: Dental root canal sealing materials. Geneva: International Organization for Standardization; 2012.
- JEONG, J. W. et al. Dentinal Tubule Penetration of a Calcium Silicate–based Root Canal Sealer with Different Obturation Methods. **J Endod** Baltimore, v. 43, n. 4, p.633-637, abr. 2017.
- JITARU, S. et al. THE USE OF BIOCERAMICS IN ENDODONTICS - LITERATURE REVIEW. **Clujul Med**, Cluj-Napoca, v. 89, n. 4, p.470-473, out. 2016.
- KAUR, A. et al. Biotoxicity of commonly used root canal sealers: A meta – analysis. **J Conserv Dent**, Mumbai, v. 18, n. 2, p.83-88, abr. 2015.
- KAUR, M. MTA versus Biodentine: Review of Literature with a Comparative Analysis. **J Clin Diagn Res**, Delhi, v. 11, n 8, p.ZG01-ZG05, ago. 2017.

- KHALIL, I.; NAAMAN, A.; CAMILLERI, J. Properties of Tricalcium Silicate Sealers. **J Endod**, Baltimore, v.42, n. 10, p.1529-1535, out. 2016.
- KLEE, J. E.; GRÜTZNER, R.; HÖRHOLD, H. Uncrosslinked epoxide-amine addition polymers, 44. Linear arylamine/2,2-bis[4-(2,3-epoxypropoxy)phenyl]-propane addition polymers — synthesis and properties. **Macromol Chem Phys**, Oxford, v. 197, n. 7, p.2305-2323, jul. 1996.
- KOHLI, M. R. et al. Spectrophotometric Analysis of Coronal Tooth Discoloration Induced by Various Bioceramic Cements and Other Endodontic Materials. **J Endod**, Baltimore, v. 41, n. 11, p.1862-1866, nov. 2015.
- KUGA, M. C. et al. Evaluation of the pH, calcium release and antibacterial activity of MTA Fillapex. **Rev Odontol UNESP**, São Paulo, v. 42, n. 5, p.330-335, out. 2013.
- LEE S.J, MONSEF, M., TORABINEJAD, M. Sealing ability of a mineral trioxide aggregate for repair of lateral root perforations. **J Endod**, Baltimore, v.19, n. 11, p.541-544, nov. 1993.
- LEE, B. et al. A Novel Urethane Acrylate–based Root Canal Sealer with Improved Degree of Conversion, Cytotoxicity, Bond Strengths, Solubility, and Dimensional Stability. **J Endod**, Baltimore, v. 37, n. 2, p.246-249, fev. 2011.
- LEE, J. K. et al. Physicochemical Properties of Epoxy Resin-Based and Bioceramic-Based Root Canal Sealers. **Bioinorg Chem Appl**, Cairo, v. 2017, p.1-8, 2017.
- LEONARDO, M. R. **Endodontia, tratamento de canais radiculares: princípios técnicos e biológicos**. São Paulo: Artes Médicas Ltda, 2005. v. 2. 1125 p.
- LEONARDO, M. R. et al. Root Canal Adhesive Filling in Dogs' Teeth with or without Coronal Restoration: A Histopathological Evaluation. **J Endod**, Baltimore, v. 33, n. 11, p.1299-1303, nov. 2007.
- LEONARDO, M. R.; LEAL, J. M.; SIMÕES FILHO, A. P. Pulpectomy: Immediate root canal filling with calcium hydroxide. **Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod** Saint Louis, v. 49, n. 5, p.441-450, mai. 1980.
- LEONARDO, M. R.; LEONARDO, R. T. **Endodontia: Conceitos Biológicos e Recursos Tecnológicos**. São Paulo: Artes Médicas Ltda, 2009. 356 p. 602 p.
- LEONARDO, M.R. et al. Calcium hydroxide root canal Sealers—Histopathologic evaluation of apical and peripaical repair after endodontic treatment. **J Endod**, Baltimore, v. 23, n. 7, p.428-432, jul. 1997.
- LEONARDO, M.R.; LEONARDO, R. T. **Tratamento de Canais Radiculares**. 2ªed. São Paulo: Artes Médicas Ltda, 2017. 420-421 p.

LIU, S.; WANG, S.; DONG, Y. Evaluation of a Bioceramic as a Pulp Capping Agent In Vitro and In Vivo. **J Endod**, Baltimore, v. 41, n. 5, p.652-657, mai. 2015.

LOPES, H. P.; SIQUEIRA JR, J. F. **Endodontia: biologia e técnica**. 3° ed. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan, 2011.

LOUSHINE, B. A. et al., Setting Properties and Cytotoxicity Evaluation of a Premixed Bioceramic Root Canal Sealer. **J Endod**, Baltimore, v. 37, n. 5, p. 673-677, maio. 2011.

MACHADO, M. E. L. et al. **Aspectos de Interesse da Endodontia Contemporânea**. São Paulo: Napoleão LTDA, 2016. 175-165 p.

MARÍN-BAUZA, G. A. et al. Physicochemical properties of endodontic sealers of different bases. **J Appl Oral Sci**, Bauru, v. 20, n. 4, p.455-461, ago. 2012.

OLTRA, E. et al. Retreatability of two endodontic sealers, EndoSequence BC Sealer and AH Plus: a micro-computed tomographic comparison. **Restor Dent Endod**, Seoul, v. 42, n. 1, p.19-26, fev. 2017.

PARIROKH, M.; TORABINEJAD, M. Mineral Trioxide Aggregate: A Comprehensive Literature Review – Part I. **J Endod**, Baltimore, v.36, n. 1, p.16-27, jan. 2010.

PELLICCIONI, G et al. Proroot Mineral Trioxide Aggregate Cement Used as a Retrograde Filling without Addition of Water: An In Vitro Evaluation of Its Microleakage. **J Endod**, Baltimore, v. 33, n. 9, p.1082-1085, set. 2007.

PHILLIPS, R. W. **Materiais dentários de Skinner**. 8 ed. Rio de Janeiro: Interamericana, 1984. 01 p.

PRINZ H. Filling root-canals with an improved paraffin compound. **Dental Cosmos**, Philadelphia, v. 54, n. 10, p.1081-1094, 1912.

PRÜLLAGE, R. et al. Material Properties of a Tricalcium Silicate–containing, a Mineral Trioxide Aggregate–containing, and an Epoxy Resin–based Root Canal Sealer. **J Endod**, Baltimore, v. 42, n. 12, p.1784-1788, dez. 2016.

RAZMI, H. et al. The Effect of Canal Dryness on Bond Strength of Bioceramic and Epoxy-resin Sealers after Irrigation with Sodium Hypochlorite or Chlorhexidine. **Iran Endod J**, Teerão, v. 11, n. 2, p.129-133, mar. 2016.

RESZKA, P. et al. A Comparative Chemical Study of Calcium Silicate-Containing and Epoxy Resin-Based Root Canal Sealers. **Biomed Res Int**, Nova York, v. 2016, p.1-8, 2016.

RICKERT, U. G. The Management of Pulpless Teeth from Both the Clinical and the Laboratory Standpoint. **Dental Cosmos**, Philadelphia, v. 67, n. 7, p. 635-642, jul. 1925.

SCHROEDER, A. The impermeability of root canal filling material and first demonstrations of new root filling materials. **SSO Schweiz Monatsschr Zahnheilkd**, Berna, v. 64, n. 9, p. 921-31, 1954.

SEVIMAY, S.; DALAT, D. Evaluation of penetration and adaptation of three different sealers: a SEM study. **J Oral Rehabil**, Oxford, v. 30, n. 9, p.951-955, set. 2003.

SHAKYA, V. K. An Invitro Evaluation of Antimicrobial Efficacy and Flow Characteristics for AH Plus, MTA Fillapex, CRCS and Gutta Flow 2 Root Canal Sealer. **J Clin Diagn Res**, Delhi, v. 10, n. 8, p.104-108, ago. 2016.

SHIPPER, G et al. Periapical Inflammation After Coronal Microbial Inoculation Of Dog Roots Filled With Gutta-percha Or Resilon. **Aust Endod J**, Richmond, v. 31, n. 2, p.91-96, fev. 2005.

SILVA, E. J. et al. Evaluation of Cytotoxicity and Physicochemical Properties of Calcium Silicate-based Endodontic Sealer MTA Fillapex. **J Endod**, Baltimore, v. 39, n. 2, p.274-277, fev. 2013.

SILVA-HERZOG, D. et al. Preliminary study of the inflammatory response to subcutaneous implantation of three root canal sealers. **Int Endod J**, Oxford, v. 44, n. 5, p.440-446, jan. 2011.

SINGH, G. et al. In vitro comparison of antibacterial properties of bioceramic-based sealer, resin-based sealer and zinc oxide eugenol based sealer and two mineral trioxide aggregates. **Eur J Dent**, Mumbai, v. 10, n. 3, p.366-369, jul-set. 2016.

SIQUEIRA JUNIOR, J. F. et al., Antimicrobial Activity and Flow Rate of Newer and Established Root Canal Sealers. **J Endod**, Baltimore, v. 26, n. 5, p.274-277, maio. 2000.

SOARES, I. J; GOLDBERG, F. **Endodoncia Técnica y Fundamentos**. Buenos Aires: Editorial Médica Panamericana, 2003. 153 p.

SONNTAG, D. et al., Experimental amine-epoxide sealer: a physicochemical study in comparison with AH Plus and EasySeal. **Int Endod J**, Oxford, v. 48, n. 8, p.747-756, set. 2014.

SRIVASTAVA, S. et al. Evaluation of pH and calcium ion diffusion from MTA Fillapex and Sealapex through simulated external root resorption -An In Vitro Study. **Endodontology**, Nova Delhi, v. 26, n. 2, p.305-308, dez. 2014.

TANOMARU-FILHO, M. et al. Radiopacity and Flow of Different Endodontic Sealers. **Acta Odontol Latinoam**, Buenos Aires, v. 26, n. 2, p.121-125, dez. 2013.

TAVARES, C. O. et al. Tissue Reactions to a New Mineral Trioxide Aggregate-containing Endodontic Sealer. **J Endod**, Baltimore, v. 39, n. 5, p.653-657, mai. 2013.

TAY, F. R. et al. Effectiveness of Resin-Coated Gutta-Percha Cones and a Dual-Cured, Hydrophilic Methacrylate Resin-Based Sealer in Obturating Root Canals. **J Endod**, Baltimore, v. 31, n. 9, p.659-664, set. 2005.

TORABINEJAD, M. et al. Comparative investigation of marginal adaptation of mineral trioxide aggregate and other commonly used root-end filling materials. **J Endod**, Baltimore, v. 21, n. 6, p.295-299, jun. 1995.

TROPE, M.; BUNES, A.; DEBELIAN, G. Root filling materials and techniques: bioceramics a new hope? **Endod Topics**, Oxford, v. 32, n. 1, p.86-96, mai 2015.

ULTRADENT [homepage] – Indaiatuba – SP. Disponível em: <<https://www.ultradent.com/pt-br/Dental-Products/Endodontia/Obtura%C3%A7%C3%A3o/EndoREZ-sellante-de-conductos-radiculares/Pages/default.aspx>>. Acesso em: 30 out. 2017.

UTNEJA, S. et al. Current perspectives of bio-ceramic technology in endodontics: calcium enriched mixture cement - review of its composition, properties and applications. **Restor Dent Endod**, Seoul, v. 40, n. 1, p.1-13, fev. 2015.

UZUNOGLU E, Y. Z., SUNGUR, D. D., ALTUNDASAR, E. Retreatability of Root Canals Obturated Using Gutta-Percha with Bioceramic, MTA and Resin-Based Sealers. **Iran Endod J**, Teerão, v.10, n.2, p.93-98, mar. 2015.

VITTI, R. P. et al. Physical Properties of MTA Fillapex Sealer. **J Endod**, Baltimore, v. 39, n. 7, p.915-918, jul. 2013.

VIVAN, R. R. et al. Evaluation of the physical and chemical properties of two commercial and three experimental root-end filling materials. **Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod**, Saint Louis, v. 110, n. 2, p.250-256, ago. 2010.

VIVAN, R. R. et al., Avaliação da radioterapia de diferentes cimentos obturadores endodônticos, acrescidos de hidróxido de cálcio. **SALUSVITA**, Bauru, v. 32, n. 1, p.25-36, abr, 2013.

VOGEL, G.L.; CHOW, L.C.; BROWN, W.E. A Microanalytical Procedure for the Determination of Calcium, Phosphate and Fluoride in Enamel Biopsy Samples. **Caries Res**, Basel, v. 17, n. 1, p.23-31, 1983.

WANG, Z.; SHEN, Y.; HAAPASALO, M. Dentin Extends the Antibacterial Effect of Endodontic Sealers against *Enterococcus faecalis* Biofilms. **J Endod**, Baltimore, v. 40, n. 4, p.505-508, abr.2014.

ZHANG, H. et al. Assessment of a New Root Canal Sealer's Apical Sealing Ability. **Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod**, Saint Louis, v. 107, n. 6, p.e79-82, jun. 2009.

ZHANG, H. et al. Antibacterial Activity of Endodontic Sealers by Modified Direct Contact Test Against *Enterococcus faecalis*. **J Endod**, Baltimore, v. 35, n. 7, p.1051-1055, jul. 2009.

ZHOU, H. et al. Physical Properties of 5 Root Canal Sealers. **J Endod**, Baltimore, v. 39, n. 10, p.1281-1286, out. 2013.

ZMENER, O. et al. Significance of Moist Root Canal Dentin with the Use of Methacrylate-based Endodontic Sealers: An In Vitro Coronal Dye Leakage Study. **J Endod**, Baltimore, v. 34, n. 1, p.76-79, jan. 2008.

ANEXOS

ANEXO A

Assunto	Projeto de Pesquisa na Comissão de Pesquisa de Odontologia
Remetente	fabricio.collares@ufrgs.br
Para	marcus.so@ufrgs.br
Data	2017-01-02 15:02

Prezado Pesquisador MARCUS VINICIUS REIS SO,

Informamos que o projeto de pesquisa PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS DE UMA NOVA FORMULAÇÃO DE CIMENTO BIOCERÂMICO encaminhado para análise em 08/12/2016 foi aprovado quanto ao mérito pela Comissão de Pesquisa de Odontologia com o seguinte parecer:

O objetivo geral do presente estudo é avaliar as propriedades físico-químicas de uma nova formulação de cimento biocerâmico (Biosealer MK Life), na busca de um cimento que apresente as características desejáveis para um cimento obturador, sendo comparado com o padrão ouro AH Plus. De acordo com o fabricante este novo cimento é uma mistura pronta para ser injetada, insolúvel, radiopaco, que contém em sua formulação silicato de cálcio, o que exige a presença de umidade para a tomada de presa. Os testes a serem realizados são: escoamento, radiopacidade, sorção e solubilidade, liberação de íons cálcio, PH e tempo de presa, os ensaios seguirão padrões da ISO (INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION) e ADA (AMERICAN NATIONAL STANDARDS INSTITUTE/AMERICAN DENTAL ASSOCIATION). Os dados serão analisados através de estatísticas descritivas calculados com base na média e desvio padrão do pH, liberação de íons cálcio, escoamento, radiopacidade, tempo de presa, sorção e solubilidade. Serão analisados através do teste T de Student relacionando valores iniciais, mínimo e máximo. Todas as análises serão realizadas com um nível de significância de 5%. O projeto apresenta mérito científico. Portanto, somos pela aprovação.

Devido as suas características este projeto foi encaminhado nesta data para avaliação por .

Atenciosamente, Comissão de Pesquisa de Odontologia

ANEXO B

Instructions for Authors

TYPES OF PAPERS

Papers may be submitted for the following sections:

Original articles

Invited reviews

Short communications – with up to 2000 words and up to two figures and/or tables

Letters to the editor

It is the general policy of this journal not to accept case reports and pilot studies.

EDITORIAL PROCEDURE

If you have any questions please contact:

Professor Dr. M. Hannig

University Hospital of Saarland

Department of Parodontology and Conservative Dentistry

Building 73

66421 Homburg/Saar

Germany

Email: eic.hannig@uks.eu

MANUSCRIPT SUBMISSION

Manuscript Submission

Submission of a manuscript implies: that the work described has not been published before; that it is not under consideration for publication anywhere else; that its publication has been approved by all co-authors, if any, as well as by the responsible authorities – tacitly or explicitly – at the institute where the work has been carried out. The publisher will not be held legally responsible should there be any claims for compensation.

Permissions

Authors wishing to include figures, tables, or text passages that have already been published elsewhere are required to obtain permission from the copyright owner(s) for both the print and online format and to include evidence that such permission has been granted when submitting their papers. Any material received without such evidence will be assumed to originate from the authors.

Online Submission

Please follow the hyperlink “Submit online” on the right and upload all of your manuscript files following the instructions given on the screen.

Further Useful Information

please follow the link below

Further Useful Information

The Springer Author Academy is a set of comprehensive online training pages mainly geared towards first-time authors. At this point, more than 50 pages offer advice to authors on how to write and publish a journal article.

Springer Author Academy

TITLE PAGE

The title page should include:

The name(s) of the author(s)

A concise and informative title

The affiliation(s) and address(es) of the author(s)

The e-mail address, telephone and fax numbers of the corresponding author

Abstract

Please provide a structured abstract of 150 to 250 words which should be divided into the following sections:

Objectives (stating the main purposes and research question)

Materials and Methods

Results

Conclusions

Clinical Relevance

These headings must appear in the abstract.

Keywords

Please provide 4 to 6 keywords which can be used for indexing purposes.

TEXT

Text Formatting

Manuscripts should be submitted in Word.

Use a normal, plain font (e.g., 10-point Times Roman) for text.

Use italics for emphasis.

Use the automatic page numbering function to number the pages.

Do not use field functions.

Use tab stops or other commands for indents, not the space bar.

Use the table function, not spreadsheets, to make tables.

Use the equation editor or MathType for equations.

Save your file in docx format (Word 2007 or higher) or doc format (older Word versions).

Manuscripts with mathematical content can also be submitted in LaTeX.

LaTeX macro package (zip, 182 kB)

Headings

Please use no more than three levels of displayed headings.

Abbreviations

Abbreviations should be defined at first mention and used consistently thereafter.

Footnotes

Footnotes can be used to give additional information, which may include the citation of a reference included in the reference list. They should not consist solely of a reference citation, and they should never include the bibliographic details of a reference. They should also not contain any figures or tables.

Footnotes to the text are numbered consecutively; those to tables should be indicated by superscript lower-case letters (or asterisks for significance values and other statistical data). Footnotes to the title or the authors of the article are not given reference symbols.

Always use footnotes instead of endnotes.

Acknowledgments

Acknowledgments of people, grants, funds, etc. should be placed in a separate section on the title page. The names of funding organizations should be written in full.

REFERENCES

Citation

Reference citations in the text should be identified by numbers in square brackets. Some examples:

1. Negotiation research spans many disciplines [3].
2. This result was later contradicted by Becker and Seligman [5].
3. This effect has been widely studied [1-3, 7].

Reference list

The list of references should only include works that are cited in the text and that have been published or accepted for publication. Personal communications and unpublished works should only be mentioned in the text. Do not use footnotes or endnotes as a substitute for a reference list.

The entries in the list should be numbered consecutively.

Journal article

Gamelin FX, Baquet G, Berthoin S, Thevenet D, Nourry C, Nottin S, Bosquet L (2009) Effect of high intensity intermittent training on heart rate variability in prepubescent children. *Eur J Appl Physiol* 105:731-738. doi: 10.1007/s00421-008-0955-8

Ideally, the names of all authors should be provided, but the usage of “et al” in long author lists will also be accepted:

Smith J, Jones M Jr, Houghton L et al (1999) Future of health insurance. *N Engl J Med* 341:325–329

Article by DOI

Slifka MK, Whitton JL (2000) Clinical implications of dysregulated cytokine production. *J Mol Med.*
doi:10.1007/s001090000086

Book

South J, Blass B (2001) *The future of modern genomics.* Blackwell, London

Book chapter

Brown B, Aaron M (2001) The politics of nature. In: Smith J (ed) *The rise of modern genomics*, 3rd edn. Wiley, New York, pp 230-257

Online document

Cartwright J (2007) Big stars have weather too. IOP Publishing PhysicsWeb.
<http://physicsweb.org/articles/news/11/6/16/1>. Accessed 26 June 2007

Dissertation

Trent JW (1975) *Experimental acute renal failure.* Dissertation, University of California

Always use the standard abbreviation of a journal's name according to the ISSN List of Title Word Abbreviations, see

ISSN.org LTWA

If you are unsure, please use the full journal title.

For authors using EndNote, Springer provides an output style that supports the formatting of in-text citations and reference list.

EndNote style (zip, 2 kB)

Authors preparing their manuscript in LaTeX can use the bibtex file `spbasic.bst` which is included in Springer's LaTeX macro package.

TABLES

All tables are to be numbered using Arabic numerals.

Tables should always be cited in text in consecutive numerical order.

For each table, please supply a table caption (title) explaining the components of the table.

Identify any previously published material by giving the original source in the form of a reference at the end of the table caption.

Footnotes to tables should be indicated by superscript lower-case letters (or asterisks for significance values and other statistical data) and included beneath the table body.

ARTWORK AND ILLUSTRATIONS GUIDELINES

Electronic Figure Submission

Supply all figures electronically.

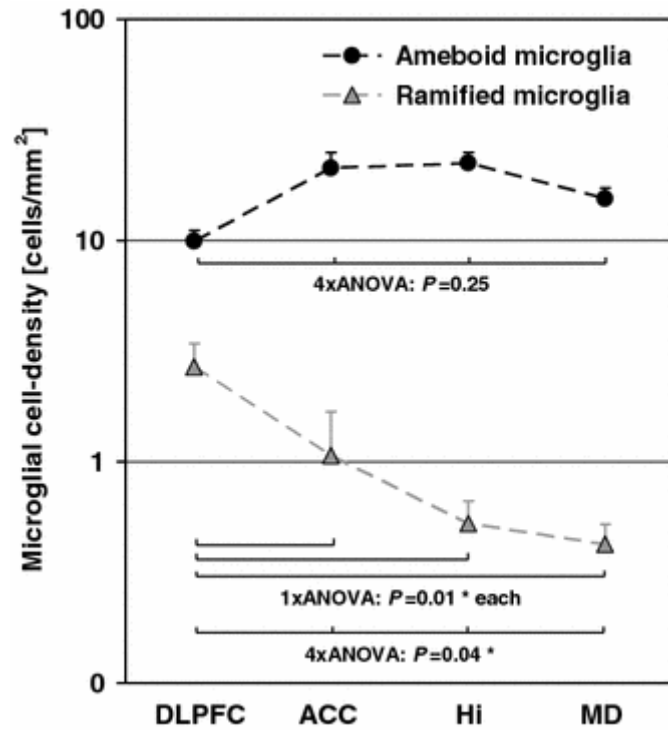
Indicate what graphics program was used to create the artwork.

For vector graphics, the preferred format is EPS; for halftones, please use TIFF format. MSOffice files are also acceptable.

Vector graphics containing fonts must have the fonts embedded in the files.

Name your figure files with "Fig" and the figure number, e.g., Fig1.eps.

Line Art



Definition: Black and white graphic with no shading.

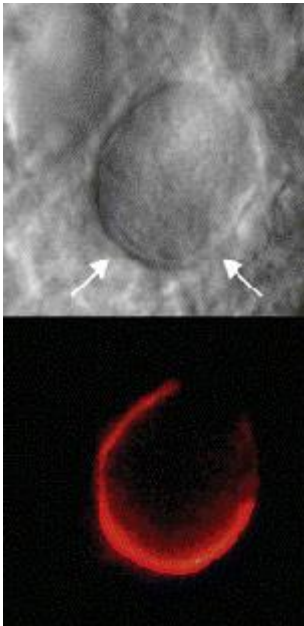
Do not use faint lines and/or lettering and check that all lines and lettering within the figures are legible at final size.

All lines should be at least 0.1 mm (0.3 pt) wide.

Scanned line drawings and line drawings in bitmap format should have a minimum resolution of 1200 dpi.

Vector graphics containing fonts must have the fonts embedded in the files.

Halftone Art

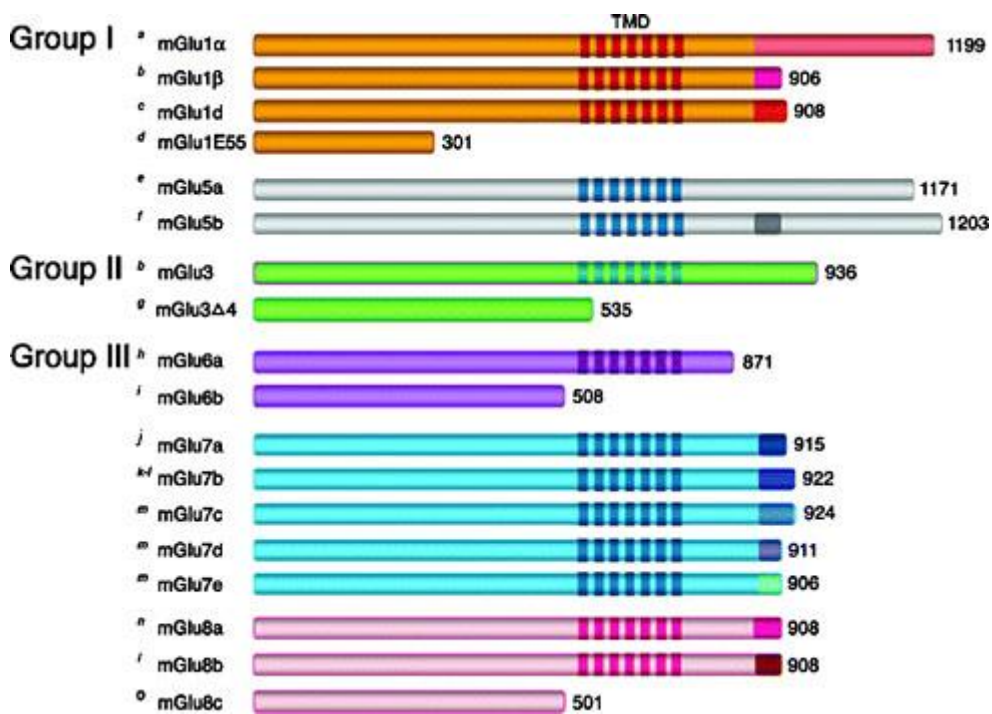


Definition: Photographs, drawings, or paintings with fine shading, etc.

If any magnification is used in the photographs, indicate this by using scale bars within the figures themselves.

Halftones should have a minimum resolution of 300 dpi.

Combination Art



Definition: a combination of halftone and line art, e.g., halftones containing line drawing, extensive lettering, color diagrams, etc.

Combination artwork should have a minimum resolution of 600 dpi.

Color Art

Color art is free of charge for online publication.

If black and white will be shown in the print version, make sure that the main information will still be visible. Many colors are not distinguishable from one another when converted to black and white. A simple way to check this is to make a xerographic copy to see if the necessary distinctions between the different colors are still apparent.

If the figures will be printed in black and white, do not refer to color in the captions.

Color illustrations should be submitted as RGB (8 bits per channel).

Figure Lettering

To add lettering, it is best to use Helvetica or Arial (sans serif fonts).

Keep lettering consistently sized throughout your final-sized artwork, usually about 2–3 mm (8–12 pt).

Variance of type size within an illustration should be minimal, e.g., do not use 8-pt type on an axis and 20-pt type for the axis label.

Avoid effects such as shading, outline letters, etc.

Do not include titles or captions within your illustrations.

Figure Numbering

All figures are to be numbered using Arabic numerals.

Figures should always be cited in text in consecutive numerical order.

Figure parts should be denoted by lowercase letters (a, b, c, etc.).

If an appendix appears in your article and it contains one or more figures, continue the consecutive numbering of the main text. Do not number the appendix figures,

"A1, A2, A3, etc." Figures in online appendices (Electronic Supplementary Material) should, however, be numbered separately.

Figure Captions

Each figure should have a concise caption describing accurately what the figure depicts. Include the captions in the text file of the manuscript, not in the figure file.

Figure captions begin with the term **Fig.** in bold type, followed by the figure number, also in bold type.

No punctuation is to be included after the number, nor is any punctuation to be placed at the end of the caption.

Identify all elements found in the figure in the figure caption; and use boxes, circles, etc., as coordinate points in graphs.

Identify previously published material by giving the original source in the form of a reference citation at the end of the figure caption.

Figure Placement and Size

Figures should be submitted separately from the text, if possible.

When preparing your figures, size figures to fit in the column width.

For most journals the figures should be 39 mm, 84 mm, 129 mm, or 174 mm wide and not higher than 234 mm.

For books and book-sized journals, the figures should be 80 mm or 122 mm wide and not higher than 198 mm.

Permissions

If you include figures that have already been published elsewhere, you must obtain permission from the copyright owner(s) for both the print and online format. Please be aware that some publishers do not grant electronic rights for free and that Springer will not be able to refund any costs that may have occurred to receive these permissions. In such cases, material from other sources should be used.

Accessibility

In order to give people of all abilities and disabilities access to the content of your figures, please make sure that

All figures have descriptive captions (blind users could then use a text-to-speech software or a text-to-Braille hardware)

Patterns are used instead of or in addition to colors for conveying information (colorblind users would then be able to distinguish the visual elements)

Any figure lettering has a contrast ratio of at least 4.5:1

ELECTRONIC SUPPLEMENTARY MATERIAL

Springer accepts electronic multimedia files (animations, movies, audio, etc.) and other supplementary files to be published online along with an article or a book chapter. This feature can add dimension to the author's article, as certain information cannot be printed or is more convenient in electronic form.

Before submitting research datasets as electronic supplementary material, authors should read the journal's Research data policy. We encourage research data to be archived in data repositories wherever possible.

Submission

Supply all supplementary material in standard file formats.

Please include in each file the following information: article title, journal name, author names; affiliation and e-mail address of the corresponding author.

To accommodate user downloads, please keep in mind that larger-sized files may require very long download times and that some users may experience other problems during downloading.

Audio, Video, and Animations

Aspect ratio: 16:9 or 4:3

Maximum file size: 25 GB

Minimum video duration: 1 sec

Supported file formats: avi, wmv, mp4, mov, m2p, mp2, mpg, mpeg, flv, mxf, mts, m4v, 3gp

Text and Presentations

Submit your material in PDF format; .doc or .ppt files are not suitable for long-term viability.

A collection of figures may also be combined in a PDF file.

Spreadsheets

Spreadsheets should be submitted as .csv or .xlsx files (MS Excel).

Specialized Formats

Specialized format such as .pdb (chemical), .wrl (VRML), .nb (Mathematica notebook), and .tex can also be supplied.

Collecting Multiple Files

It is possible to collect multiple files in a .zip or .gz file.

Numbering

If supplying any supplementary material, the text must make specific mention of the material as a citation, similar to that of figures and tables.

Refer to the supplementary files as “Online Resource”, e.g., “... as shown in the animation (Online Resource 3)”, “... additional data are given in Online Resource 4”.

Name the files consecutively, e.g. “ESM_3.mpg”, “ESM_4.pdf”.

Captions

For each supplementary material, please supply a concise caption describing the content of the file.

Processing of supplementary files

Electronic supplementary material will be published as received from the author without any conversion, editing, or reformatting.

Accessibility

In order to give people of all abilities and disabilities access to the content of your supplementary files, please make sure that

The manuscript contains a descriptive caption for each supplementary material

Video files do not contain anything that flashes more than three times per second (so that users prone to seizures caused by such effects are not put at risk)

ENGLISH LANGUAGE EDITING

For editors and reviewers to accurately assess the work presented in your manuscript you need to ensure the English language is of sufficient quality to be understood. If you need help with writing in English you should consider:

Asking a colleague who is a native English speaker to review your manuscript for clarity.

Visiting the English language tutorial which covers the common mistakes when writing in English.

Using a professional language editing service where editors will improve the English to ensure that your meaning is clear and identify problems that require your review. Two such services are provided by our affiliates Nature Research Editing Service and American Journal Experts. Springer authors are entitled to a 10% discount on their first submission to either of these services, simply follow the links below.

English language tutorial

Nature Research Editing Service

American Journal Experts

Please note that the use of a language editing service is not a requirement for publication in this journal and does not imply or guarantee that the article will be selected for peer review or accepted.

If your manuscript is accepted it will be checked by our copyeditors for spelling and formal style before publication.

为便于编辑和评审专家准确评估您稿件中陈述的研究工作，您需要确保您的英语语言质量足以令人理解。如果您需要英文写作方面的帮助，您可以考虑：

- 请一位以英语为母语的同事审核您的稿件是否表意清晰。
- 查看一些有关英语写作中常见语言错误的教程。
- **使用专业语言编辑服务**，编辑人员会对英语进行润色，以确保您的意思表达清晰，并识别需要您复核的问题。我们的附属机构 Nature Research Editing Service 和合作伙伴 American Journal Experts 即可提供此类服务。

教程

Nature Research Editing Service

American Journal Experts

请注意，使用语言编辑服务并非在期刊上发表文章的必要条件，同时也并不意味或保证文章将被选中进行同行评议或被接受。

如果您的稿件被接受，在发表之前，我们的文字编辑会检查您的文稿拼写是否规范以及文体是否正式。

エディターと査読者があなたの論文を正しく評価するには、使用されている英語の質が十分に高いことが必要とされます。英語での論文執筆に際してサポートが必要な場合には、次のオプションがあります：

- 英語を母国語とする同僚に、原稿で使用されている英語が明確であるかをチェックしてもらう。
- 英語で執筆する際によくある間違いに関する英語のチュートリアルを参照する。
- プロの英文校正サービスを利用する。校正者が原稿の意味を明確にしたり、問題点を指摘し、英語の質を向上させます。Nature Research Editing Service と American Journal Experts の2つは弊社と提携しているサービスです。Springer の著者は、いずれのサービスも初めて利用する際には10%の割引を受けることができます。以下のリンクを参照ください。

英語のチュートリアル

Nature Research Editing Service

American Journal Experts

英文校正サービスの利用は、投稿先のジャーナルに掲載されるための条件ではないこと、また論文審査や受理を保証するものではないことに留意してください。

原稿が受理されると、出版前に弊社のコピーエディターがスペルと体裁のチェックを行います。

영어 원고의 경우, 에디터 및 리뷰어들이 귀하의 원고에 실린 결과물을 정확하게 평가할 수 있도록, 그들이 충분히 이해할 수 있을 만한 수준으로 작성되어야 합니다. 만약 영작문과 관련하여 도움을 받기를 원하신다면 다음의 사항들을 고려하여 주십시오:

- 귀하의 원고의 표현을 명확히 해줄 영어 원어민 동료를 찾아서 리뷰를 의뢰합니다.
- 영어 튜토리얼 페이지에 방문하여 영어로 글을 쓸 때 자주하는 실수들을 확인합니다.

• 리뷰에 대비하여, 원고의 의미를 명확하게 해주고 리뷰에서 요구하는 문제점들을 식별해서 영문 수준을 향상시켜주는 전문 영문 교정 서비스를 이용합니다. Nature Research Editing Service와 American Journal Experts에서 저희와 협약을 통해 서비스를 제공하고 있습니다. Springer 저자들이 본 교정 서비스를 첫 논문 투고를 위해 사용하시는 경우 10%의 할인이 적용되며, 아래의 링크를 통하여 확인이 가능합니다.

영어 튜토리얼 페이지

Nature Research Editing Service

American Journal Experts

영문 교정 서비스는 게재를 위한 요구사항은 아니며, 해당 서비스의 이용이 피어 리뷰에 논문이 선택되거나 게재가 수락되는 것을 의미하거나 보장하지 않습니다.

원고가 수락될 경우, 출판 전 저희측 편집자에 의해 원고의 철자 및 문체를 검수하는 과정을 거치게 됩니다.

ETHICAL RESPONSIBILITIES OF AUTHORS

This journal is committed to upholding the integrity of the scientific record. As a member of the Committee on Publication Ethics (COPE) the journal will follow the COPE guidelines on how to deal with potential acts of misconduct.

Authors should refrain from misrepresenting research results which could damage the trust in the journal, the professionalism of scientific authorship, and ultimately the entire scientific endeavour. Maintaining integrity of the research and its presentation can be achieved by following the rules of good scientific practice, which include:

The manuscript has not been submitted to more than one journal for simultaneous consideration.

The manuscript has not been published previously (partly or in full), unless the new work concerns an expansion of previous work (please provide transparency on the re-use of material to avoid the hint of text-recycling (“self-plagiarism”)).

A single study is not split up into several parts to increase the quantity of submissions and submitted to various journals or to one journal over time (e.g. “salami-publishing”).

No data have been fabricated or manipulated (including images) to support your conclusions

No data, text, or theories by others are presented as if they were the author’s own (“plagiarism”). Proper acknowledgements to other works must be given (this includes material that is closely copied (near verbatim), summarized and/or paraphrased), quotation marks are used for verbatim copying of material, and permissions are secured for material that is copyrighted.

Important note: the journal may use software to screen for plagiarism.

Consent to submit has been received explicitly from all co-authors, as well as from the responsible authorities - tacitly or explicitly - at the institute/organization where the work has been carried out, **before** the work is submitted.

Authors whose names appear on the submission have contributed sufficiently to the scientific work and therefore share collective responsibility and accountability for the results.

Authors are strongly advised to ensure the correct author group, corresponding author, and order of authors at submission. Changes of authorship or in the order of authors are **not** accepted **after** acceptance of a manuscript.

Adding and/or deleting authors **at revision stage** may be justifiably warranted. A letter must accompany the revised manuscript to explain the role of the added and/or deleted author(s). Further documentation may be required to support your request.

Requests for addition or removal of authors as a result of authorship disputes after acceptance are honored after formal notification by the institute or independent body and/or when there is agreement between all authors.

Upon request authors should be prepared to send relevant documentation or data in order to verify the validity of the results. This could be in the form of raw data, samples, records, etc. Sensitive information in the form of confidential proprietary data is excluded.

If there is a suspicion of misconduct, the journal will carry out an investigation following the COPE guidelines. If, after investigation, the allegation seems to raise valid concerns, the accused author will be contacted and given an opportunity to address the issue. If misconduct has been established beyond reasonable doubt, this may result in the Editor-in-Chief's implementation of the following measures, including, but not limited to:

If the article is still under consideration, it may be rejected and returned to the author.

If the article has already been published online, depending on the nature and severity of the infraction, either an erratum will be placed with the article or in severe cases complete retraction of the article will occur. The reason must be given in the published erratum or retraction note. Please note that retraction means that the paper is **maintained on the platform**, watermarked "retracted" and explanation for the retraction is provided in a note linked to the watermarked article.

The author's institution may be informed.

COMPLIANCE WITH ETHICAL STANDARDS

To ensure objectivity and transparency in research and to ensure that accepted principles of ethical and professional conduct have been followed, authors should include information regarding sources of funding, potential conflicts of interest (financial or non-financial), informed consent if the research involved human participants, and a statement on welfare of animals if the research involved animals.

Authors should include the following statements (if applicable) in a separate section entitled "Compliance with Ethical Standards" when submitting a paper:

Disclosure of potential conflicts of interest

Research involving Human Participants and/or Animals

Informed consent

Please note that standards could vary slightly per journal dependent on their peer review policies (i.e. single or double blind peer review) as well as per journal subject discipline. Before submitting your article check the instructions following this section carefully.

The corresponding author should be prepared to collect documentation of compliance with ethical standards and send if requested during peer review or after publication.

The Editors reserve the right to reject manuscripts that do not comply with the above-mentioned guidelines. The author will be held responsible for false statements or failure to fulfill the above-mentioned guidelines.

DISCLOSURE OF POTENTIAL CONFLICTS OF INTEREST

Authors must disclose all relationships or interests that could have direct or potential influence or impart bias on the work. Although an author may not feel there is any conflict, disclosure of relationships and interests provides a more complete and transparent process, leading to an accurate and objective assessment of the work. Awareness of a real or perceived conflicts of interest is a perspective to which the readers are entitled. This is not meant to imply that a financial relationship with an organization that sponsored the research or compensation received for consultancy work is inappropriate. Examples of potential conflicts of interests **that are directly or indirectly related to the research** may include but are not limited to the following:

Research grants from funding agencies (please give the research funder and the grant number)

Honoraria for speaking at symposia

Financial support for attending symposia

Financial support for educational programs

Employment or consultation

Support from a project sponsor

Position on advisory board or board of directors or other type of management relationships

Multiple affiliations

Financial relationships, for example equity ownership or investment interest

Intellectual property rights (e.g. patents, copyrights and royalties from such rights)

Holdings of spouse and/or children that may have financial interest in the work

In addition, interests that go beyond financial interests and compensation (non-financial interests) that may be important to readers should be disclosed. These may include but are not limited to personal relationships or competing interests directly or indirectly tied to this research, or professional interests or personal beliefs that may influence your research.

The corresponding author collects the conflict of interest disclosure forms from all authors. In author collaborations where formal agreements for representation allow it, it is sufficient for the corresponding author to sign the disclosure form on behalf of all authors. Examples of forms can be found

here:

The corresponding author will include a summary statement in the text of the manuscript in a separate section before the reference list, that reflects what is recorded in the potential conflict of interest disclosure form(s).

Please make sure to submit all Conflict of Interest disclosure forms together with the manuscript.

See below examples of disclosures:

Funding: This study was funded by X (grant number X).

Conflict of Interest: Author A has received research grants from Company A. Author B has received a speaker honorarium from Company X and owns stock in Company Y. Author C is a member of committee Z.

If no conflict exists, the authors should state:

Conflict of Interest: The authors declare that they have no conflict of interest.

RESEARCH INVOLVING HUMAN PARTICIPANTS AND/OR ANIMALS

1) Statement of human rights

When reporting studies that involve human participants, authors should include a statement that the studies have been approved by the appropriate institutional and/or national research ethics committee and have been performed in accordance with the ethical standards as laid down in the 1964 Declaration of Helsinki and its later amendments or comparable ethical standards.

If doubt exists whether the research was conducted in accordance with the 1964 Helsinki Declaration or comparable standards, the authors must explain the reasons for their approach, and demonstrate that the independent ethics committee or institutional review board explicitly approved the doubtful aspects of the study.

The following statements should be included in the text before the References section:

Ethical approval: “All procedures performed in studies involving human participants were in accordance with the ethical standards of the institutional and/or national research committee and with the 1964 Helsinki declaration and its later amendments or comparable ethical standards.”

For retrospective studies, please add the following sentence:

“For this type of study formal consent is not required.”

2) Statement on the welfare of animals

The welfare of animals used for research must be respected. When reporting experiments on animals, authors should indicate whether the international, national, and/or institutional guidelines for the care and use of animals have been followed, and that the studies have been approved by a research ethics committee at the institution or practice at which the studies were conducted (where such a committee exists).

For studies with animals, the following statement should be included in the text before the References section:

Ethical approval: “All applicable international, national, and/or institutional guidelines for the care and use of animals were followed.”

If applicable (where such a committee exists): “All procedures performed in studies involving animals were in accordance with the ethical standards of the institution or practice at which the studies were conducted.”

If articles do not contain studies with human participants or animals by any of the authors, please select one of the following statements:

“This article does not contain any studies with human participants performed by any of the authors.”

“This article does not contain any studies with animals performed by any of the authors.”

“This article does not contain any studies with human participants or animals performed by any of the authors.”

INFORMED CONSENT

All individuals have individual rights that are not to be infringed. Individual participants in studies have, for example, the right to decide what happens to the (identifiable) personal data gathered, to what they have said during a study or an interview, as well as to any photograph that was taken. Hence it is important that all participants gave their informed consent in writing prior to inclusion in the study. Identifying details (names, dates of birth, identity numbers and other information) of the participants that were studied should not be published in written descriptions, photographs, and genetic profiles unless the information is essential for scientific purposes and the participant (or parent or guardian if the participant is incapable) gave written informed consent for publication. Complete anonymity is difficult to achieve in some cases, and informed consent should be obtained if there is any doubt. For example, masking the eye region in photographs of participants is inadequate protection of anonymity. If identifying characteristics are altered to protect anonymity, such as in genetic profiles, authors should provide assurance that alterations do not distort scientific meaning.

The following statement should be included:

Informed consent: “Informed consent was obtained from all individual participants included in the study.”

If identifying information about participants is available in the article, the following statement should be included:

“Additional informed consent was obtained from all individual participants for whom identifying information is included in this article.”

RESEARCH DATA POLICY

The journal encourages authors, where possible and applicable, to deposit data that support the findings of their research in a public repository. Authors and editors who do not have a preferred repository should consult Springer Nature’s list of repositories and research data policy.

List of Repositories

Research Data Policy

General repositories - for all types of research data - such as figshare and Dryad may also be used.

Datasets that are assigned digital object identifiers (DOIs) by a data repository may be cited in the reference list. Data citations should include the minimum information recommended by DataCite: authors, title, publisher (repository name), identifier.

DataCite

Springer Nature provides a research data policy support service for authors and editors, which can be contacted at researchdata@springernature.com.

This service provides advice on research data policy compliance and on finding research data repositories. It is independent of journal, book and conference proceedings editorial offices and does not advise on specific manuscripts.

Helpdesk

AFTER ACCEPTANCE

Upon acceptance of your article you will receive a link to the special Author Query Application at Springer's web page where you can sign the Copyright Transfer Statement online and indicate whether you wish to order OpenChoice and offprints.

Once the Author Query Application has been completed, your article will be processed and you will receive the proofs.

Copyright transfer

Authors will be asked to transfer copyright of the article to the Publisher (or grant the Publisher exclusive publication and dissemination rights). This will ensure the widest possible protection and dissemination of information under copyright laws.

Creative Commons Attribution-NonCommercial 4.0 International License

Offprints

Offprints can be ordered by the corresponding author.

Color illustrations

Publication of color illustrations is free of charge.

Proof reading

The purpose of the proof is to check for typesetting or conversion errors and the completeness and accuracy of the text, tables and figures. Substantial changes in content, e.g., new results, corrected values, title and authorship, are not allowed without the approval of the Editor.

After online publication, further changes can only be made in the form of an Erratum, which will be hyperlinked to the article.

Online First

The article will be published online after receipt of the corrected proofs. This is the official first publication citable with the DOI. After release of the printed version, the paper can also be cited by issue and page numbers.

OPEN CHOICE

In addition to the normal publication process (whereby an article is submitted to the journal and access to that article is granted to customers who have purchased a subscription), Springer provides an alternative publishing option: Springer Open Choice. A Springer Open Choice article receives all the benefits of a regular subscription-based article, but in addition is made available publicly through Springer's online platform SpringerLink.

Open Choice

Copyright and license term – CC BY

Open Choice articles do not require transfer of copyright as the copyright remains with the author. In opting for open access, the author(s) agree to publish the article under the Creative Commons Attribution License.

Find more about the license agreement