

SÍNTESES, CARACTERIZAÇÃO E ANÁLISE FÍSICO-QUÍMICA DE ALUMINATOS DE CÁLCIO E SUA ASSOCIAÇÃO COM UM CIMENTO PARA APLICAÇÃO EM ENDODONTIA.

PATRICIA RODRIGUES¹; FAILI CINTIA TOMSEN VEIGA^{1,2}; JOSÉ JURADO²,
LUIZA HELENA SILVA ALMEIDA³, FERNANDA GERALDO PAPPEN³,
ANDERSON SCHWINGEL RIBEIRO⁴, SERGIO DA SILVA CAVA¹

¹Universidade Federal de Pelotas, Engenharia de Materiais, CDTec, Pelotas, RS, Brasil -
ati_jg@hotmail.com; faili.cintia@gmail.com; sergiocava@gmail.com

²Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Escola de Engenharia, Departamento de Minas
Metalurgia e Materiais, Porto Alegre, RS, Brasil - faili.cintia@gmail.com;
pepejuradoegea@gmail.com

³Universidade Federal de Pelotas, Faculdade de Odontologia, Programa de Pós Graduação em
Odontologia, Pelotas, RS, Brasil – luizahelenadentista@hotmail.com; ferpappen@yahoo.com.br

⁴Universidade Federal de Pelotas, Instituto de Química, Programa de Pós Graduação em
Química, Pelotas, RS, Brasil ;andersonsch@hotmail.com

1. INTRODUÇÃO

Materiais cerâmicos que apresentam biocompatibilidade têm sido objeto de inúmeros estudos e pesquisas, visto que são aplicados em diversos tratamentos como, por exemplo na odontologia e na ortopedia. Atento a essa questão, os aluminatos de cálcio (CAs), têm sido objeto de estudos com interesse em diversas aplicações com propriedades interessantes nos biomateriais além das variações de dopagens. (VEIGA, 2015). O mecanismo de estimulação de reparação por deposição de tecido mineralizado, bem como uma ação antimicrobiana depende do pH e a capacidade de liberação de íons de cálcio (Ca^{2+}) (OKABE et al, 2006).

A adição de prata a materiais obturadores tem sido utilizada para inibir o desenvolvimento microbiano e evitar infecções, como um desinfetante em tratamentos de canal de raiz para eliminar bactérias, produtos bacterianos, e detritos a partir do sistema de canais radiculares. (SAMIE 2016). Outra razão que têm encorajado a utilização de prata reside no fato de que, a prata, sob a forma de nanopartículas, seria menos tóxica para as células e tecidos (EDWARDS 2009).

Neste sentido, este trabalho tem como objetivo realizar a síntese pelo método dos precursores poliméricos e caracterizar os pós de C3A, com adição de prata a 1% e 5%, calcinado na temperatura de 1000°C, possibilitando assim avaliar as propriedades físico-químicas de um cimento para uso endodôntico (MTA Fillapex, Angelus, Londrina, PR, Brasil) com e sem a adição de CAs e CAs + prata (Ag). O escoamento, pH e liberação de íons cálcio (Ca^{2+}) e íons de prata (Ag^+) também foram avaliadas.

2. METODOLOGIA

Para a obtenção de pós monofásicos policristalinos e homogêneos de CAs

dopados com Ag, foi utilizado o método dos precursores poliméricos por sua simplicidade (CHOI; HONG, 2010). Esta metodologia é baseada na formação de quelatos entre os cátions metálicos e os ácidos carboxílicos (ácido cítrico) dissolvidos em solução aquosa. Neste trabalho foram obtidas as composições C3A e C3A+ 1% e 5% de Ag, com a adição controlada de nitratos de Ca, Al e Ag. Em seguida, o acréscimo do etileno glicol conduz à formação de um éster orgânico, seguido por polimerização.

Logo após foi realizado a calcinação para retirar os materiais orgânicos dos pós cerâmicos e em seguida foi realizado um o tratamento térmico a 1000°C. Os pós cerâmicos foram caracterizados por difração de raios-X (DRX), microscopia eletrônica de varredura (MEV). Para avaliar as propriedades físico-químicas do MTA Fillapex, a fim de melhorar as propriedades deste cimento, com e sem a adição de CAs e CAs+Ag foi usado o ensaio de escoamento conforme a norma ISO 6876/2001, onde o mínimo recomendado é de 20 mm de escoamento. Os materiais a serem avaliados foram preparados, e logo em seguida foram colocados entre duas placas de vidros, com uma carga pressionando a placa superior. Após 10 minutos do início da mistura, a carga foi removida, e os diâmetros mínimo e máximo dos discos da amostra e foram medidos por um paquímetro digital.

Para avaliação do pH e da liberação de cálcio e prata, os materiais foram preparados e inseridos em tubos de polietileno que foram pesados para verificar padronização da quantidade de CAs em cada tubo. A medição do pH foi realizada com um pHmetro previamente calibrado com soluções de pH conhecido. A liberação de íons de Ca^{2+} e Ag^+ foi medida utilizando um espectrofotômetro de absorção atômica.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os pós cerâmicos foram realizados tratamento térmico a 1000°C, foi realizado a análise de DRX, visando fazer a identificação das fases cristalinas formadas, como pode ser visto nos difratogramas da Figura 1.

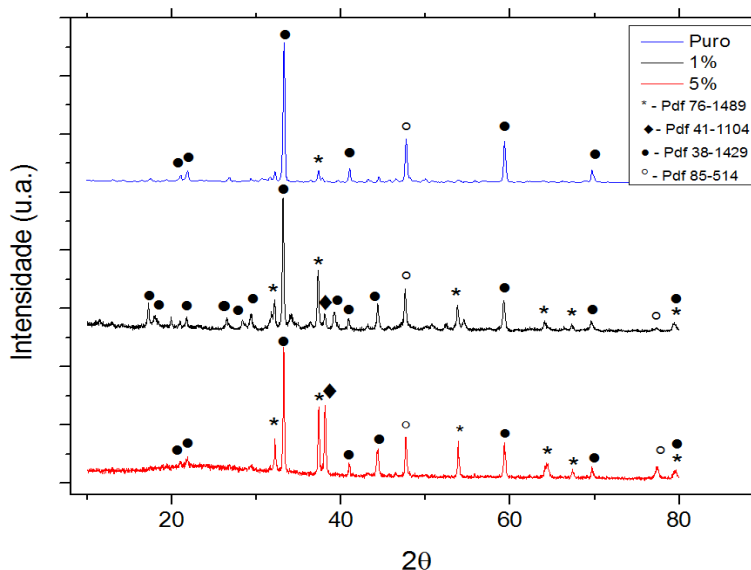


Figura 1 - Difratograma da temperatura de 1000°C, mostra as composições C3A e C3A+ 1% e 5% de Ag,

A Figura 1 observa-se a presença de várias fases caracterizando por ser um composto de aluminatos de cálcio e com adição de 1% e 5% de prata, nos difratogramas apresentam as fichas cristalográficas 76-1489 (AgO), 41-1104 (Ag₂O), 38-1429 (Ca₃Al₂O₆), e 85-514 (CaO₂) representam as diferentes fases presentes.

Através da análise da morfologia obtida pelo MEV foi possível observar as características dos grãos e dos aglomerados, como observado na Figura 2.

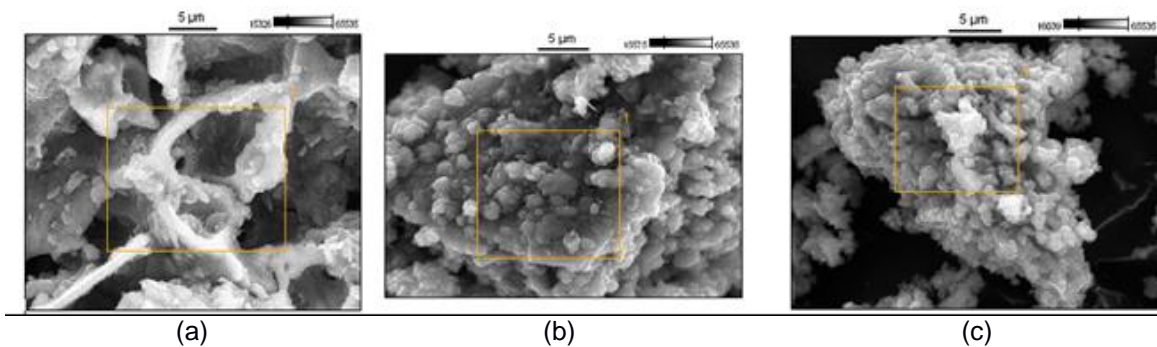


Figura 2- Micrografia MEV com magnificação de 3500x. (a) C₃A puro; (b) C₃A+ 1%; (c) C₃A+ 5%

Na Figura 2 (a) pode observar-se o MEV do C₃A, na temperatura de 1000°C, onde nota-se a formação de uma estrutura de aglomerados de grãos com vazios e poros, além de se observar uma estrutura irregular com formato de bastonete de diferentes tamanhos. Na Figura 2 (b e c) Nota-se que a prata modificou a morfologia do material quando comparada com o C₃A sem dopante, onde se verificou a formação de pequenos grânulos, o que indica a formação da prata na estrutura do C₃A.

Com as análises de escoamento, o MTA Fillapex com e sem a adição de C₃A e C₃A+Ag, mostraram valores superiores a 20 mm, o que está de acordo com as normas exigidas pela ISO para comercialização de cimentos endodônticos. Em geral, a adição de C₃A, bem como C₃A + Ag melhorou o escoamento do MTA Fillapex. Com relação ao pH, a adição de cálcio e prata no MTA Fillapex tornou o seu pH ainda mais alcalino, o que é satisfatório, uma vez que a ação antimicrobiana dos materiais odontológicos depende do pH.

A respeito da liberação dos íons de Ca²⁺ e Ag⁺ foi constatado que não houve liberação de íons Ag quando C₃A+ 1%Ag e C₃A+ 5%Ag foram adicionados ao cimento MTA Fillapex. No entanto, os espécimes de MTA Fillapex + 10% C₃A e MTA Fillapex + 10% (C₃A + 5%Ag) apresentaram os valores mais elevados para a liberação de íons de cálcio. Estes resultados demonstram que o aumento da liberação de íon Ca²⁺ pelo MTA Fillapex a partir da associação com os aluminatos de cálcio apresentam potencial satisfatório para aplicação em endodontia.

4 .CONCLUSÃO

Com o método dos precursores poliméricos foi possível a obtenção de pós de C₃A, C₃A+1%Ag e C₃A+5%Ag na temperatura de 1000°C, visando a aplicação como biomateriais na área da endodontia.

Na morfologia notou-se uma mudança quando foi acrescida a prata. Ainda com adição com C₃A e C₃A+Ag aumentou o escoamento do MTA Fillapex, sendo os valores superiores a 20 mm, o que está de acordo com os requisitos para materiais endodônticos.

A liberação de íons de Ag^+ não foi observada. No entanto, a adição de C3A proporcionou um aumento da liberação de íons de cálcio do cimento MTA Fillapex, melhorando portanto, suas propriedades físico-químicas.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

CHOI, S.; HONG, S. Size and morphology control by planetary ball milling in $\text{CaAl}_2\text{O}_4:\text{Eu}^{2+}$ phosphors prepared by pechini method and their luminescence properties. **Materials Science and Engineering: B**, Elsevier, v. 171, n. 1, p. 69 – 72, 2010.

EDWARDS-JONES V. The benefits of silver in hygiene, personal care and healthcare. **Lett Appl Microbiol** 2009;49:147–52.

OKABE T, SAKAMOTO M, TAKEUCHI H, MATSUSHIMA K. Effects of pH on mineralization ability of human dental pulp cells. **J Endod** 2006;32:198–201.

SAMIEI M, FARJAMI A, DIZAJ SM, et al. Nanoparticles for antimicrobial purposes in endodontics: a systematic review of in vitro studies. **Mater Sci Eng C Mater Biol Appl** 2016;58:1269–78.

VEIGA, F. C. T. et al. Chemical Synthesis and Sintering Behaviour of $\text{Ca}_3\text{Al}_2\text{O}_6$ Obtained by Polymeric Precursor Method. **Materials Science Forum**. 2015. p. 143-148.

AGRADECIMENTOS

Medidas de morfologia realizadas no CEME-SUL – FURG, medidas de DRX realizadas no Labiomat – UFGS e medidas para avaliar liberação de cálcio realizada no Instituto de Química– UFPel.