



CARACTERIZAÇÃO DE UM NOVO CIMENTO ENDODÔNTICO DERIVADO DE FONTE NATURAL COM CAPACIDADE ANTIMICROBIANA.

GIOVANNA DIAS¹; ELIZIANE PERES²; MARÍLIA FONSECA³ KATIELLE VALENTE
BRAUNER⁴; LEINA NAKINISHI⁵; ANDRESSA GOICOCHEA MOREIRA⁶

¹Universidade Federal de Pelotas – giovanna_rogina@hotmail.com

²Universidade Federal de Pelotas - lise.esc@gmail.com

³Universidade Federal de Pelotas - mariliasfondeca@hotmail.com

⁴Universidade Federal de Pelotas – katiellevb@gmail.com

⁵Universidade Federal de Pelotas – leinaa@hotmail.com

⁶Universidade Federal de Pelotas – andressagoicocheaa@gmail.com

1. INTRODUÇÃO

A completa obturação do sistema de canais radiculares constitui um fator chave para o sucesso da terapia endodôntica. A principal razão para tanto é o fato de que, mesmo após o preparo biomecânico, as paredes do canal radicular podem conter microrganismos capazes de promover irritação aos tecidos periapicais. (BORGES et al., 2011).

A utilização de Quitosana tem evoluído muito nas últimas décadas, por possuir características marcantes de biocompatibilidade, biodegradabilidade e bioatividade e potencial antimicrobiano. Ela é derivada da Quitina, presente principalmente na carapaça de crustáceos (DALLAN, 2005; NETO et al., 2008).

Neste contexto, para que um novo cimento endodôntico seja considerado superior aos já estabelecidos no mercado, é necessário que seja realizado uma série de análises que permita identificar suas características físicas, químicas e de biocompatibilidade, e, após, possa-se averiguar sua eficácia. E sabendo que ainda não existe material que preencha todas as características adequadas, ocorrendo à prevalência de algumas delas em detrimento de outras. O tratamento endodôntico busca resultados clínicos satisfatórios, utilizando-se do melhor material possível para a obturação hermética dos canais radiculares, e baseado nisso o objetivo neste trabalho foi avaliar o potencial físico-mecânico e antimicrobiano de cimentos endodônticos experimentais, contendo nanotubos de Halloysita com quitosana.

2. METODOLOGIA

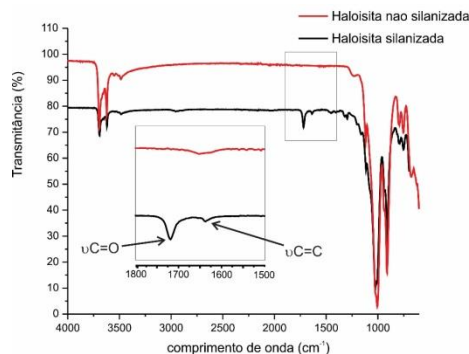
Foi realizada a Silanização da haloisita, a superfície dos nanotubos de haloisita (NTH) foi modificada utilizando o agente silano 3(trimetoxisilil)propil metacrilato (MPS), sua modificação foi confirmada pela Caracterização por FTIR dos NTH. Os NHT foram então incorporados com quitosana. Foram formulados cinco cimentos experimentais resinosos a base de resina pasta-pasta e pó líquido contendo 5% NHT + Quitosana (HQ) ou 5% quitosana (Q) como carga, Cimento endodôntico experimental resinoso contendo halloysita e quitosana (CR_{HQ}), Cimento endodôntico experimental resinoso (CR_{CTL}), Cimento endodôntico pó e líquido contendo halloysita com quitosana (CPL_{HQ}), Cimento endodôntico pó e líquido contendo quitosana (CPL_Q), Cimento endodôntico pó e líquido (CPL_{CTL}). Sua matriz orgânica foi constituída de Bis-EMA30, Exotano 9® como fotoiniciadores foram utilizados como Canforoquinona, EDAB, DHEPT e Óxido de Ítrio como raioapacificador. Como referência comercial foram utilizados o cimento resinoso AH Plus – Dentsply (AH Plus) e o cimento Pó e Líquido Endomethasone N –

Septodont (END). Teste de contato direto modificado, usando culturas de células em microplacas de 96 poços. Os espécimes de *Enterococcus faecalis* foram cultivados durante a noite em meio Trypticase Soy Broth (TSB) em condições anaeróbicas, a 37°C durante 24h. As colônias de microorganismos foram então suspensas em TSB para a padronização da suspensão 3×10^8 UFC/mL, a turbidez das células microbianas foi ajustada usando a escala de McFarland. A partir deste inóculo, foram adicionados 20 µL de suspensão bacteriana a cada poço, juntamente com os discos de espécime (6x1mm), que foram esterilizadas por luz UV (ultravioleta) dentro de uma câmara de fluxo laminar (n=3). Os discos foram incubados com a suspensão bacteriana durante 1h e 24h a 37 °C. Após o período de incubação, foram feitas 4 diluições e plaqueadas com gotas de 20 µL por diluição, este mesmo processo foi feito para o período de 1h e 24h de contato do material com o microorganismo. As placas foram então incubadas a 37°C durante 24h e após o período de incubação, foram contadas as unidades formadoras de colônias (UFC/mL).

Os testes de escoamento (ES), espessura de película (EP), tempo de presa (TP), foram realizados seguindo a ISO 6876 (2001), em triplicata. O teste de Sorção e solubilidade Também seguiu a isso ISO6876, foram confeccionados dez espécimes por grupo (n=10), os espécimes permaneceram em um dessecador em estufa a 37°C até que uma massa constante (m1) fosse obtida, massa inicial, após foi acondicionado em água destilada por 7 dias e armazenado em estufa a 37°C. Ao final, foi obtida (m2) massa inchada. Após, os espécimes voltaram a ser armazenados nos dessecadores, até atingir uma terceira massa (m3) constante. Os espécimes foram pesados em balança analítica/digital. Para cada amostra, os dados de absorção de água (WS) e solubilidade (SL) foram calculados usando as seguintes fórmulas $WS = (m2-m3) / v$ e $SL = (m1-m3)/v$.

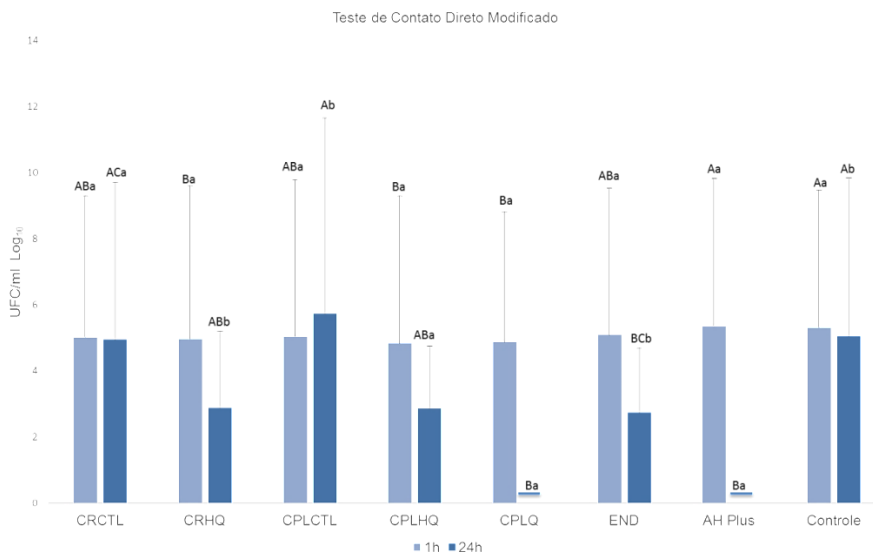
3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

O espectro dos NHT após o processo de silanização permite demonstrar a correta introdução do grupo metacrilato na superfície dos NTH. A presença dos picos em ~ 1710 cm^{-1} correspondente ao estiramento da ligação C=O e em ~ 1637 cm^{-1} corresponde ao estiramento da ligação C=C, permite determinar a presença de monômeros de tipo metacrilato ligados aos nano-tubos



Espectro de FTIR da haloisita não silanizada (acima) e haloisita silanizada (abaixo)

A figura 4 apresenta os dados de teste de contato direto modificado, a qual demonstra que o material CPL_Q apresentou uma redução bacteriana após o período de 24h de incubação.



*Letras maiúsculas referem-se às comparações entre materiais nos diferentes períodos (ANOVA uma via e teste complementar de Tukey). letras minúsculas referem-se à influência do tempo no mesmo material. (Teste T) Letras distintas na mesma categoria (maiúscula ou minúscula) determinam diferença significativa ($p < 0,05$).

Para avaliar a atividade antimicrobiana utilizamos o teste de contato direto modificado que é um ensaio quantitativo e reprodutível que depende do contato direto dos microorganismos com o material por um período de tempo de 1h e 24h. O *Enterococcus faecalis* é a espécie mais frequentemente detectada em canais radiculares de dentes com insucesso endodôntico (SUN et al., 2016), decorrente da resistência as soluções de irrigação e medicamentos intracanais. Os cimentos que tiveram NTH com quitosana (HQ) E quitosana (Q) adicionados em 5% a sua matriz polimérica, tiveram uma redução nas unidades formadoras de colônias, seria relevante aumentar o tempo de avaliação no teste antimicrobiano utilizado nesse estudo.

A tabela 1 mostra que a SO e SL o cimento AH Plus® apresentou as menores médias sendo respectivamente ($\pm 0,01$) mg/0 ($\pm 0,00$) mg/mm³. Para o teste de escoamento, foram encontradas diferenças estatísticas entre os grupos ($p < 0,001$), sendo que o cimento END apresentou maior valor médio de 21,85 ($\pm 1,74$). Os grupos CR_{CTL}, CR_{HQ}, CPL_{HQ}, CPL_Q e END apresentaram valores de espessura de película superiores ao valor indicado pela ISO 6876 (50 μ m), no entanto não houve diferenças estatísticas entre os grupos ($p = 0,052$). Em relação ao tempo de presa o cimento AH Plus® teve o tempo de presa mais longo em comparação aos demais materiais sendo este tempo de 720'.

Tabela 2. São apresentados os valores de sorção de água (SO), solubilidade (SL), escoamento (ES), espessura de película (EP) e tempo de presa (TP).



Grupos	SO (mg)	SL (mg)	ES(mm)	EP(mm)	TP(min)
CR _{CTL}	0,28 (± 0,01)	0,03 (± 0,01)	20,42 (± 1,04) AB	0,06 (± ,004)	25'
CR _{HQ}	0,37(± 0,06)	0,05(± 0,02)	17,20(± 0,59) B	0,06(± 0,004)	28'
CPL _{CTL}	0,44(± 0,01)	0,08(± 0,04)	17,9(± 1,48) B	0,05(± 0,004)	31'
CPL _{HQ}	0,43(± 0,03)	0,07(± 0,01)	19,07(± 1,81) AB	0,08(± 0,004)	35'
CPL _Q	0,08(± 0,19)	0,06(± 0,03)	14,91(± 1,16) B	0,06(± 0,008)	32'
END	0,09(± 0,01)	0,04(± 0,27)	21,85(± 1,74) A	0,06(± 0,004)	65"
AH Plus	0,03(± 0,00)	0,00(± 0,00)	18,08 (± 1,48) AB	0,05(± 0,004)	720'

*Para SO, SL e EP foi realizado Kruskal-Wallis, com nível de significância ($p < 0.05$). Para estes grupos não houve diferença estatística. O teste de escoamento foi analisado através do teste de ANOVA uma via e teste complementar de Tukey, com nível de significância de ($p < 0.001$). Letras distintas indicam diferença entre os grupos

Testes físico-mecânicos neste estudo foram realizados de acordo com a norma ISO 6876, que garante a reprodutibilidade e permite comparar nossos materiais experimentais com materiais comerciais, são de suma importância para que haja o melhor desempenho e aproveitamento do material.

3. CONCLUSÃO

Considerando as limitações deste estudo *in vitro*, é possível concluir que os cimentos experimentais endodônticos testados apresentaram resultados promissores em comparação aos materiais comerciais de referência. A quitosana demonstrou ser um agente microbiano que pode ser utilizado na formulação restauradores resinosos temporários fotopolimerizáveis. No entanto Ainda são necessários testes adicionais para consolidar os resultados já encontrados nesse estudo *in vitro*.

3. REFERÊNCIAS

BORGES, R. P. ; SOUZA-NETO M. D. ; VERSIANI M.A ; DE-DEUS G.; MIRANDA C.E. ; PÉCORA J.D. Changes in the surface of four calcium silicate-containing endodontic materials and an epoxy resin-based sealer after a solubility test. **International Endodontic Journal**, v. 45, n.5, p.419-428, 2012.

DALLAN, P. R. M. Síntese e caracterização de membranas de quitosana para aplicação na regeneração da Pele. Tese. Faculdade de Engenharia Química, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2005

FLORES D.S.; RACHED F.J. Jr.; VERSIANI M. A.; GUEDES D. F.; SOUSA-NETO M. D.; PÉCORA J.D. Evaluation of physicochemical properties of four root canal sealers. **International Endodontic Journal**, v.44, n.2, p. 126-135, 2011.

SUN, X. et al. Study of invasion and colonization of *E. faecalis* in microtubes by a novel device. **Biomedical Microdevices**, v. 18, n. 5, p. 82, 19 out. 2016.