

## DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO DE CIMENTOS ENDODÔNTICOS POTENCIALMENTE BIOATIVOS

JULIANA SILVA RIBEIRO<sup>1</sup>; SAMANTHA RODRIGUES XAVIER<sup>2</sup>; CARLOS  
ENRIQUE CUEVAS SUÁREZ<sup>3</sup>; FERNANDA GERALDO PAPPEN<sup>4</sup>; EVANDRO  
PIVA<sup>5</sup>; RAFAEL GUERRA LUND<sup>6</sup>

<sup>1</sup>Universidade Federal de Pelotas – sribeirooj@gmail.com

<sup>2</sup>Universidade Federal de Pelotas – srodriguesxavier@hotmail.com

<sup>3</sup>Universidade Federal de Pelotas – carlosecsuarez@gmail.com

<sup>4</sup>Universidade Federal de Pelotas – ferpappen@gmail.com

<sup>5</sup>Universidade Federal de Pelotas – evpiva@gmail.com

<sup>6</sup>Universidade Federal de Pelotas – rafael.lund@gmail.com

### 1. INTRODUÇÃO

Diversos cimentos a base de fosfato de cálcio têm sido utilizados como biomateriais para estimular a formação de tecido mineralizado na região apical em dentes tratados endodonticamente, porém algumas propriedades precisam ser aperfeiçoadas para melhorar o desempenho destes materiais. (PORTELLA et al., 2015).

A formação de tecido mineralizado está diretamente ligada ao potencial de alcalinização e liberação de cálcio dos materiais (ESTRELA et al., 1995). O hidróxido de cálcio proporciona um pH alcalino, levando a efeitos bioquímicos que culminam na aceleração do processo de reparo (SEUX et al., 1991). Além disso, os íons cálcio liberados são necessários para a diferenciação e mineralização de células pulpares (TAKITA et al., 2006). Sendo o hidróxido de cálcio um material altamente biocompatível, antimicrobiano e osteoindutor, uma liberação controlada e contínua para os tecidos de suporte é desejável, uma vez que esses íons desempenham uma função importante na diferenciação e mineralização.

Os nanotubos de Haloisita são nanopartículas de argila facilmente encontrados em solos em todo o mundo (LVOV et al., 2008). Possui uma estrutura nanotubular predominantemente oca na faixa submicrométrica (PRASHANTHA et al., 2011) com diâmetro interno que varia de 15 a 50µm e diâmetro externo de 30 a 50µm. Sua superfície externa e o lúmen interno podem ser funcionalizados com diferentes fármacos ou fatores bioativos para liberação contínua. Essa liberação continuada melhora a efetividade dos fármacos sem aumentar sua concentração enquanto o fármaco é liberado lentamente de dentro do lúmen (LVOV et al., 2008).

A incorporação de nanotubos de haloisita em um cimento endodôntico permite a liberação prolongada de qualquer substância desejada no canal radicular, bem como no periápice, outorgando propriedades bioativas ao material. Sendo assim, o objetivo deste estudo foi desenvolver um cimento endodôntico experimental de tipo resinoso com partículas de haloisita funcionalizadas e diferentes fontes de cálcio, além de analisar as propriedades físico-químicas.

### 2. METODOLOGIA

#### 2.1 Funcionalização de nanotubos de haloisita.

Foram escolhidas duas fontes liberadoras de cálcio para esse estudo: - hidróxido de cálcio e o MTA. A quantidade de 20 mg de cada substância foi colocada em 1 mL de água ou álcool e dissolvida. Logo após, 50 mg de pó de haloisita foi adicionada. A mistura foi sonicada por 30 min e levado ao vácuo por 20 min, por três vezes.

## 2.2 Formulação do cimento endodôntico experimental

O cimento endodôntico experimental foi desenvolvido em duas pastas, denominadas Pasta A e Pasta B. A pasta A foi feita a partir de uma mistura de 40% de bisfenol A etileno glicol dimetacrilato 30 (BisEMA 30), 60% de Exotano 9, 0.4%mol de Canforoquinona, 0.8%mol de EDAB, e 1%mol de di- hidroxietil p-toluidina. A pasta B foi formulada com 40% de BisEMA 30, 60% de Exotano 9, 1,5%mol de peróxido de benzoila e 0,05% de hidroxitolueno butilado. Em ambas pastas, 100% de nanotubos de haloisita funcionalizados, de acordo com cada composto, foram adicionados.

## 2.3 Tempo de trabalho, tempo de presa e grau de conversão

O grau de conversão e tempo de presa foi determinado utilizando espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier, com uma unidade de refletância total atenuada acoplada ao sistema (RT-FTIR Shimadzu Prestige 21 Spectrometer, Shimadzu, Japão). Com auxílio de uma matriz de (2mm, 4mm e 6mm) o cimento, previamente misturado, foi dispensado no cristal. O grau de conversão por minuto foi determinado pela razão da intensidade da absorbância observadas do C=C alifático (altura do pico em  $1638\text{ cm}^{-1}$ ) contra a intensidade de absorbância da ligação carboxila ( $1710\text{ cm}^{-1}$ ), utilizada como padrão interno. O tempo de trabalho e o tempo de presa foram calculados a partir do diagrama grau de conversão-tempo.

## 2.4 Escoamento

O escoamento do material foi avaliado de acordo com a ISO 6876:2001. Um total de 0.05ml do material misturado foi dispensado sob uma placa de vidro de medidas 40x40x5mm. Após 180s do início da mistura, outra placa de vidro junto com um peso de 100g foram colocadas sobre a mistura. Após 10 minutos da mistura inicial, o material foi fotoativado por 20s. O maior e o menor diâmetro do material comprimido foram medidos.

## 2.5 Estabilidade Dimensional

Oito espécimes de cada grupo foram fabricados a partir de um molde de 6mm de comprimento por 4mm de diâmetro. Cada espécime teve seu diâmetro aferido com um paquímetro digital. Os espécimes foram submersos em água destilada e armazenados a 37°C. Após 30 dias, os espécimes foram medidos novamente. A porcentagem da mudança de dimensões foi calculada pela fórmula:  $ED = [(C30 - C) / C] \times 100$  Onde C é o comprimento inicial do espécime e C30, o comprimento após 30 dias.

## 2.6 Espessura de película

A espessura da película foi avaliada de acordo com a ISO 6876:2012, utilizando duas placas de vidro com 5 mm de espessura medindo 40x40mm de comprimento. Foi aferida a espessura das duas placas de vidro sobrepostas. Os cimentos foram espatulados e, foi depositado 0.05mL do cimento no centro de uma das placas. Logo após, a outra placa foi colocada sob o cimento. Após  $180 \pm 10\text{ s}$ , uma carga vertical de 150 N foi aplicada sob as placas. Após 10 minutos, o material foi fotoativado e a espessura final aferida. A espessura de película foi calculada pela diferença entre a espessura das placas, com e sem o cimento.

## 2.8. Liberação de íons cálcio

Foi utilizado um leitor de íons Hanna HI 5222 equipado com um eletrodo combinado para íon seletivo que possui um sensor de íons cálcio (HI 4104). Os corpos de prova foram imersos em 10mL de água ultrapura e levados à estufa a 37°C por períodos de 3h, 24h e 72h. Após cada período de armazenamento, a concentração de íons cálcio (ppm) foi determinada utilizando um eletrodo seletivo para íons cálcio.

### 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A determinação do grau de conversão foi importante, uma vez que através dele foi possível traçar o momento do início e fim da conversão de monômeros em polímeros. Do início da espatulação até o começo da conversão, foi determinado o tempo de presa do material. Do início da espatulação até o momento que não houve mais mudanças nas ligações de carbono, obtivemos o grau de conversão. Na avaliação dos cimentos experimentais, não houve diferença estatística entre os grupos. O grupo controle apresentou em média:  $4.5 \pm 0.3$  min e  $22 \pm 3$  min, o grupo de hidróxido de cálcio:  $5.2 \pm 0.6$  min e  $24 \pm 4$  min e o MTA:  $5.6 \pm 0.1$  min e  $26 \pm 2$  min de tempo de presa e grau de conversão, respectivamente.

Os resultados de escoamento, estabilidade dimensional, espessura de película e liberação de íons de cálcio estão descritos na tabela 1.

Tabela 1. Valores em média e desvio padrão de escoamento, estabilidade dimensional, espessura de película e liberação de cálcio.

Cimentos	Escoamento	Estabilidade Dimensional	Espessura de película	Liberação de Cálcio
				21 dias (ppm)
MTA	$19,95 \pm 0,03^b$	$4,99\% \pm 1,16^b$	$0,05 \pm 0,01^a$	$6,26 \pm 1,13^b$
CaOH <sub>2</sub>	$20,06 \pm 0,03^c$	$3,63\% \pm 2,29^b$	$0,04 \pm 0,01^a$	$5,23 \pm 0,15^b$
Haloisita	$19,93 \pm 0,03^b$	$4,54\% \pm 1,14^b$	$0,04 \pm 0,01^a$	$0,00 \pm 0,00^a$
AHPlus	$18,34 \pm 0,46^a$	$0,97\% \pm 0,23^a$	$0,05 \pm 0,02^a$	$0,00 \pm 0,00^a$

É importante ser avaliado o escoamento dos materiais, pois a guta-percha não apresenta adesão à dentina, sendo assim, o cimento deve apresentar fluidez adequada para o preenchimento de lacunas entre os cones de guta-percha e as paredes do canal, penetração nos canais acessórios e canais laterais (SCELZA et al., 2006). A medida para escoamento estabelecida para este teste pela ISO 6876:2001 é de no mínimo 20mm. Portanto pode-se observar que o único cimento que se encontra dentro das normativas da ISO é o cimento funcionalizado com partículas de CaOH ( $20,06 \pm 0,03$ ), cumprindo o exigido pela normativa. Sendo assim, é necessário que seja feito um pequeno ajuste desta propriedade nos outros grupos.

Na avaliação da estabilidade dimensional, a ISO 6876 estabelece um valor de expansão máximo para cimentos endodônticos de 0.1%. Nenhum cimento cumpriu a normativa. O cimento AHplus, obteve menores porcentagens de expansão. A estabilidade dimensional é um fator imprescindível para a manutenção da obturação impermeável do sistema de canais radiculares, com a expansão exagerada, há riscos de fratura da raiz. Se o material contrair em demasia, pode deixar espaços indesejados, comprometendo a qualidade da obturação. O cimento experimental teve uma média de expansão após endurecimento de 3,63 a 4,99% e o AHplus uma média de 0,97%. Contudo, ninguém sabe se os requisitos para alteração dimensional da normativa conferem com as condições clínicas.

A espessura de película é uma característica importante para o cimento endodôntico, uma vez que esse material deve ser capaz de preencher os espaços vazios do canal, tornando a obturação mais hermética possível (GAMBARINI et al., 2006). Os resultados de espessura de película mostram que todos os cimentos apresentaram-se dentro dos valores exigidos pela ISO 6876:2001, 50µm.

Quanto à liberação de íons cálcio, podemos observar que a funcionalização dos nanotubos de haloisita proporcionaram liberação de íons cálcio

estatisticamente semelhantes nos dois grupos experimentais. Apesar de não terem sido realizadas metodologias que comprovem isto, provavelmente confere-se a esse material bioatividade, levando a formação de tecido mineralizado e aceleração do processo de reparo (SEUX et al., 1991).

#### 4. CONCLUSÕES

Apesar dos cimentos endodônticos experimentais apresentarem algumas propriedades fora das normativas da ISO, eles apresentaram propriedades físico-químicas favoráveis para serem utilizados como cimento endodôntico. Em razão da liberação de íons cálcio, esses apresentam potencial bioativo.

#### 5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

BRITO-JÚNIOR, M.; CAMILO, C. C.; FARIA-E-SILVA, A. L.; SOARES, J. A. Prevalência e etiologia do retratamento endodôntico – estudo retrospectivo em clínica de graduação. **Revista da Faculdade de Odontologia – UPF**, v.14, n.2, p. 117-120, 2009.

GAMBARINI G, TESTARELLI L, PONGIONE G, GEROSA R, GAGLIANI M. Radiographic and rheological properties of a new endodontic sealer. **Australian Endodontic Journal**. v.32, p.31-4, 2006.

LVOV, Y.M.; Shchukin, D.G.; Mohwald, H.; Price, R.R. Halloysite clay nanotubes for controlled release of protective agents. **ACS Applied Nano Materials**, v.2, p.814–820, 2008.

PORTELLA, F. F **Cimento experimental bioativo a base de glicerol salicilato contendo fosfato tricálcio para uso endodôntico**. 2015. Tese (Doutorado em Odontologia) Programa de Pós-Graduação em Odontologia. Universidade Federal do Rio Grande do Sul.

PRASHANTHA, K.; LACRAMPE, M.; KRAWCZAK, F. Processing and characterization of halloysite nanotubes filled polypropylene nanocomposites based on a masterbatch route: Effect of halloysites treatment on structural and mechanical properties. **EXPRESS Polymer Letters**, v.5, p.295–307, 2011.

SCELZA MFZ, SCELZA P, COSTA RF, CÂMARA A. Estudo comparativo das propriedades de escoamento, solubilização e desintegração de alguns cimentos endodônticos. **Pesquisa Brasileira em Odontopediatria e Clínica Integrada**, v.6, p.243-7, 2006.

TAKITA, T. Effect of mineral trioxide aggregate on proliferation of cultured human dental pulp cells. **International Endodontic Journal**, v. 39, n. 5, p. 415-22, 2006.