

## **SHELF-LIFE DE CIMENTOS ENDODÔNTICOS EXPERIMENTAIS CONTENDO METACRILATOS METÁLICOS**

**VICTORIA BURMANN DA SILVA GUIMARÃES<sup>1</sup>; CARLOS ENRIQUE CUEVAZ-SUÁREZ<sup>2</sup>; EVANDRO PIVA<sup>3</sup>; FERNANDA GERALDO PAPPEN<sup>4</sup>; RAFAEL GUERRA LUND<sup>5</sup>**

<sup>1</sup>Acadêmica de Doutorado do Programa de Pós-Graduação em Odontologia (PPGO) da Universidade Federal de Pelotas (UFPEL) – [victoryabs@gmail.com](mailto:victoryabs@gmail.com)

<sup>2</sup>Doutor egresso do PPGO-UFPEL e Professor da Universidad Autónoma de Hidalgo, México - [carlosecsuarez@gmail.com](mailto:carlosecsuarez@gmail.com)

<sup>3</sup>Professor do PPGO-UFPEL – [evpiva@gmail.com](mailto:evpiva@gmail.com)

<sup>4</sup>Professora do PPGO-UFPEL – [ferpappen@gmail.com](mailto:ferpappen@gmail.com)

<sup>5</sup>Professor do PPGO-UFPEL – [rafael.lund@gmail.com](mailto:rafael.lund@gmail.com)

### **1. INTRODUÇÃO**

Na terapia endodôntica, a obturação é responsável pela vedação do sistema de canais radiculares, proporcionando o preenchimento de irregularidades anatômicas e o sepultamento de bactérias que sobreviveram aos demais estágios do tratamento (ØRSTAVIK, 2005). Sundqvist & Figdor (1998) atribuíram três funções primárias ao preenchimento das raízes: vedamento contra o crescimento de bactérias da cavidade oral; sepultamento dos microrganismos remanescentes; e obturação completa em nível microscópico para prevenir que algum fluido se acumule e sirva como nutriente para bactérias.

Recentemente, Rossato et al. (2017), desenvolveram cimentos endodônticos experimentais contendo metacrilato de cálcio e metacrilato de estanho, evidenciando um aumento na ação antimicrobiana destes materiais contra *E. faecalis*, e citotoxicidade moderada, quando comparado a uma referência comercial (Resilon / RealSeal®) (RS-SybronEndo, CA, EUA).

Metacrilatos de cálcio podem liberar íons de cálcio que desempenham um papel importante no processo de reparo (REZENDE et al., 2016). Além disso, o metacrilato de dibutilestanho tem sido utilizado há décadas como agente profilático na odontologia preventiva. Estudos prévios revelaram a sua ação independente na inibição da formação de biofilme bacteriano, reduzindo a porção ácida desta matriz polissacarídica microbiana (ADDY, 1986; ELEY, 1999). Cocco e colaboradores (2018) desenvolveram sistemas adesivos com metacrilatos metálicos de prata e di-n-butilestanho, os quais não afetaram o grau de conversão e a microtração dos mesmos comparados aos sistemas comerciais.

Neste contexto, buscando avançar no conhecimento a partir dos resultados obtidos por Rossato et al. (2017) e Cocco et al. (2018), o presente estudo buscou validar um protocolo de envelhecimento acelerado com o objetivo de determinar a estabilidade dimensional e o prazo de validade de cimentos endodônticos experimentais com metacrilatos metálicos contendo dibutilestanho e cálcio, monitorando a estabilidade de suas propriedades (grau de conversão e espessura de película) ao longo do tempo.

### **2. METODOLOGIA**

#### **2.1 Delineamento dos grupos do cimento endodôntico experimental**

Os cimentos experimentais foram compostos por uma pasta base e uma catalisadora, de forma presa dual, química e fotoativados por 40s. Na pasta base, será acrescentado o metacrilato metálico específico ( $\text{Sn}^{4+}$  (ET) ou  $\text{Ca}^{2+}$  (EC) 2%). Em todos os ensaios, se utilizará como controle comercial, um cimento à base de resina epóxica (AHPlus) e, um controle experimental, sem adição de metacrilatos (EXP).

#### **2.2 Estabilidade Dimensional**

A estabilidade dimensional dos cimentos endodônticos foi avaliada de acordo com o método descrito por Carvalho-Junior et al. (2007). Seis amostras ( $n=6/\text{grupo}$ ) cilíndricas (6x4mm) foram fabricadas, medidas com o auxílio de um paquímetro digital e armazenadas em frascos contendo água destilada a 37°C por 30 dias. Após o tempo de armazenamento, os espécimes foram retirados dos frascos, secos, e seus comprimentos e diâmetros finais foram medidos. A percentagem de mudança dimensional foi calculada da seguinte forma:  $[(L_{30} - L)/L] \times 100$ , onde L é o comprimento inicial da amostra e L30, o comprimento após 30 dias.

### 2.3 Grau de Conversão e Espessura de Película após Simulação de *Shelf-life*

Foram avaliados grau de conversão e espessura de película dos materiais inicialmente e após 6 e 18 meses de serem submetidos a um protocolo de armazenamento acelerado de simulação de *shelf-life*, armazenando os materiais em uma câmara de aclimatização, a 40°C e umidade relativa de 75% por diferentes períodos de tempo (CUEVAS-SUÁREZ et al., 2019). O período de tempo necessário para atingir esses períodos foi calculado usando o modelo de Arrhenius (CLARK, 1991):  $r = Q10^{((RT-TA)/10)}$ , onde "r" é o envelhecimento acelerado, "TA" é a temperatura ambiente, "RT" é o aumento da temperatura e "Q10" é o coeficiente de reação constante.

O grau de conversão foi determinado utilizando espectroscopia infravermelha com transformada de Fourier, com uma unidade de refletância total atenuada acoplada ao sistema. Quantidades padronizadas (10µL) de cada material foram dispensadas sobre o cristal e prévio à fotoativação, um espectro foi obtido. Posteriormente, a superfície do material foi coberta com uma tira de matriz de poliéster através da qual foi feita a fotoativação com unidade LED de irradiância  $>1.000\text{mW/cm}^2$ . As amostras foram fotoativadas por 40s. A cinética de polimerização foi determinada utilizando o software IRSolution, utilizando a apodização de Happ-Genzel, em uma faixa espectral entre 1690 e 1575 $\text{cm}^{-1}$ . O grau de conversão, por segundo 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. Cada teste foi realizado em triplicata.

Para a espessura de película, usou-se duas placas de vidro quadradas, com espessura de 5 mm e área de contato de aproximadamente (200±10) $\text{mm}^2$ ; dispositivo de carga de (150±3)N e micrômetro com acurácia de 1µm. Foram repetidas três vezes para cada material ( $n=3$ ). O cimento foi manipulado e 5mL foram dispensados no centro da placa de vidro. Após a colocação do cimento sobre a placa, este foi recoberto com outra placa com as mesmas dimensões. Após (180±10)s do início da mistura do cimento, aplicou-se uma carga de (150±3)N sobre a placa superior. Após o recobrimento do cimento em toda a placa, depois de 10 min do início da manipulação, mediu-se a espessura do conjunto formado pelas duas placas e o filme de cimento por meio de um micrômetro com acurácia de 1µm. A espessura de cimento foi definida pela diferença de espessura das placas com e sem o cimento. Foram realizadas três repetições. O documento ISO 6876 (2001) exige uma espessura de filme de até 50µm.

### 2.4 Análise Estatística

As análises estatísticas foram realizadas utilizando o software Sigma Plot 12.0. Os dados foram analisados para verificar a distribuição normal e a homogeneidade da variância. ANOVA duas vias seguida por teste complementar de Tukey foram realizadas para avaliar cada uma das variáveis dependentes. Os

dois fatores analisados foram média e desvio padrão. O nível de significância para todos os testes foi estabelecido em  $p < 0,05$ .

### 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

#### 3.1 Estabilidade Dimensional

A Tabela 1 mostra os resultados da estabilidade dimensional. Todos os cimentos experimentais apresentaram valores positivos de estabilidade dimensional, indicando expansão do material. Por outro lado, o AH Plus demonstrou valores negativos em 30 dias de armazenamento ( $p < 0,05$ ).

#### 3.2 Grau de conversão e espessura do filme após simulação de *Shelf-life*

##### *Grau de Conversão*

A estabilidade do grau de conversão é demonstrada na Tabela 2. O grau de conversão mudou após o final do experimento apenas para as amostras do grupo ETs ( $P < 0,05$ ). Imediatamente, os ETs apresentaram o maior grau de conversão ( $P < 0,05$ ); no entanto, nos demais períodos testados, os cimentos foram semelhantes ( $p > 0,05$ ).

Tabela 1. Estabilidade dimensional dos diferentes materiais testados \*

Grupo	Mediana	Intervalo interquartil	Estatística
Exp	3,199	[2,603 – 4,068]	A
ECs	3,12	[1,853 – 4,209]	A
ETs	2,638	[1,904 – 3,56]	A
AH Plus	-14,179	[-21,98 - -10,707]	B

\*Kruskal-Wallis / Dunn's Post hoc

##### *Espessura de película*

A Tabela 2 mostra os valores de espessura e estabilidade de película. As diferenças nos valores médios entre os grupos de tratamento não são suficientemente significativas para excluir a possibilidade de que a diferença seja devida à variabilidade da amostra aleatória. As diferenças entre os grupos não foram estatisticamente significantes ( $p = 0,378$ ). Todos os materiais estavam de acordo com as especificações fornecidas pelo documento da ISO 6876 (2012), exceto ECs imediatos (100  $\mu\text{m}$ ) e ETs (170  $\mu\text{m}$ ) no primeiro mês de envelhecimento, que foram superiores ao valor indicado (50  $\mu\text{m}$ ).

Tabela 2. Grau de conversão e estabilidade da espessura de película dos cimentos endodônticos avaliados após diferentes períodos de simulação do prazo de validade [média (DP)].

	Grau de conversão			Espessura de película ( $\mu\text{m}$ )		
	Imediato	1 Mês	2 Meses	Imediato	1 Mês	2 Meses
ECs	6,383 (1,266) <sup>Ba</sup>	2,29 (0,53) <sup>Aa</sup>	2,89 (2,11) <sup>Aa</sup>	100 (0,06) <sup>Aa</sup>	30 (0,008) <sup>ABa</sup>	6 (0,004) <sup>Aa</sup>
ETs	27,54 (2,771) <sup>Aa</sup>	10,26 (8,65) <sup>Ab</sup>	10,29 (5,03) <sup>Ab</sup>	5 (0,01) <sup>Aa</sup>	170 (0,15) <sup>Ba</sup>	50 (0,09) <sup>Aa</sup>
EXP	13,40 (6,78) <sup>Ba</sup>	6,65 (0,81) <sup>Aa</sup>	10,63 (4,76) <sup>Aa</sup>	80 (0,09) <sup>Aa</sup>	20 (0,05) <sup>Aa</sup>	6 (0,004) <sup>Aa</sup>
AH Plus	-	-	-	3 (0,004) <sup>Aa</sup>	6 (0,004) <sup>Ba</sup>	0 (0,00) <sup>Aa</sup>

\* ANOVA One Way / Post hoc de Tukey. Letra maiúscula indica análise dentro de colunas. Letra minúscula indica análise dentro de linhas.

### 4. CONCLUSÕES

As propriedades físicas dos cimentos experimentais contendo metacrilatos metálico de cálcio e dibutilestanho não foram drasticamente alteradas. A espessura de película se manteve dentro das normas da ISO 6876 (2012) e o grau de conversão diminuiu após o período de armazenamento.

## 5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ADDY, M. Plaque control as a scientific basis for the prevention of dental caries.

**Journal of the Royal Society of Medicine**, v.79, n.Suppl 14, p.6–10, 1986.

CARVALHO-JUNIOR, J.R.; CORRER-SOBRINHO, L.; CORRER, A.B.; SINHORETI, M.A.C.; CONSANI, S; SOUSA-NETO, M.D. Solubility and Dimensional Change after Setting of Root Canal Sealers: A Proposal for Smaller Dimensions of Test Samples. **Journal of Endodontics**, v.33, n.9, p.1110-1116, 2007.

CLARK, G. Shelf Life of Medical Devices, Guidance Document. Division of Small Manufacturers Assistance, **Food and Drug Administration**, 1991.

COCCO, A.R.; DA ROSA, W.L.O.; PERALTA, S.L.; MASKE, T.T.; DA SILVA, A.F.; HARTWIG, C.A.; MESKO, M.F.; PIVA, E.; LUND, R.G. New adhesive system based in metals cross-linking methacrylate. **Journal of Mechanical Behavior of Biomedical Materials** v.77, n.1, p.519–526, 2018.

CUEVAS-SUÁREZ, C.E.; RAMOS, T.S.; RODRIGUES, S.B.; COLLARES, F.M.; ZANCHI, C.H.; LUND, R.G.; DA SILVA, A.F.; PIVA, E. Impact of shelf-life simulation on bonding performance of universal adhesive systems. **Dental Materials**. v. 35, n. 9, p. e204-e219, 2019

ELEY, B.M. Antibacterial agents in the control of supragingival plaque—a review. **Brazilian Dental Journal**, v.186, n.6, p.286–96, 1999.

ISO 6876:2012. Dentistry -- Root canal sealing materials. **International Organizations Standarts**, 2012.

ØRSTAVIK, D. Materials used for root canal obturation: technical, biological and clinical testing. **Endodontic Topics**, v.12, n.1, p.25-38, 2005.

REZENDE, L.M.; RACHED-JUNIOR, F.J.; VERSIANI, M.A.; SOUZA-GABRIEL, A.E.; MIRANDA, C.E.; SILVA-SOUSA, Y.T.; SOUSA NETO, M.D. A comparative study of physicochemical properties of AH Plus, Epiphany, and Epiphany SE root canal sealers. **International Endodontic Journal**, v.42, n.9, p.785-793, 2009.

ROSSATO, T.C.A.; GALLAS, J.A.; ROSA W.L.O.; DA SILVA, A.F.; PIVA, E; PERALTA, S.L; LUND, R.G. Experimental Sealers Containing Metal Methacrylates: Physical and Biological Properties. **Journal of Endodontics**, v.43, n.10, p.1725-1729, 2017.

SUNDQVIST, G.; FIGDOR, D. Endodontic treatment of apical periodontitis. In: Ørstavik D, Pitt Ford TR, eds. Essential Endodontology. Prevention and Treatment of Apical Periodontitis. **Oxford: Blackwell**, 1998.