

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL

FACULDADE DE ODONTOLOGIA

PAULA DAPPER SANTOS

DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO DE UM CIMENTO ENDODÔNTICO
RESINOSO CONTENDO α -FOSFATO TRICÁLCICO E CLOREXIDINA

Porto Alegre

2013

PAULA DAPPER SANTOS

DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO DE UM CIMENTO ENDODÔNTICO
RESINOSO CONTENDO α -FOSFATO TRICÁLCICO E CLOREXIDINA

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao Curso de Graduação em Odontologia da Faculdade de Odontologia da Universidade Federal do Rio Grande do Sul, como requisito parcial para obtenção do título de Cirurgião-Dentista.

Orientador: Prof. Dr. Fabrício Mezzomo Collares

Porto Alegre

2013

CIP – Catalogação na Publicação

Santos, Paula Dapper

Desenvolvimento e caracterização de um cimento endodôntico resinoso contendo α -fosfato tricálcico e clorexidina / Paula Dapper Santos. – 2013.
31 f. il.

Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Odontologia) – Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Faculdade de Odontologia, Curso de Graduação em Odontologia, Porto Alegre, BR-RS, 2013.

Orientador: Fabrício Mezzomo Collares

1. Cimentos de resina. 2. Metacrilatos. 3. Clorexidina. I. Collares, Fabrício Mezzomo. II. Título.

Dedico esse trabalho àqueles que, juntos, formam o meu alicerce: Mãe, Pai, Rê, Mano, Vó e Pedro.

AGRADECIMENTOS

À *Faculdade de Odontologia da Universidade Federal do Rio Grande do Sul*, por me proporcionar ensino e pesquisa de excelente qualidade.

À minha orientadora de Iniciação Científica, professora *Susana Maria Werner Samuel*, por dividir comigo seus conhecimentos e me proporcionar muitas oportunidades de pesquisa.

Ao meu orientador, professor *Fabício Mezzomo Collares*, pela dedicação, tempo dispensado nesse e em outros trabalhos, incentivo e conhecimento dedicados nos últimos anos.

Ao professor *Vicente Castelo Branco Leitune*, pela dedicação e ajuda nos projetos de pesquisa em que participei.

Ao aluno de doutorado *Fernando Freitas Portella*, pela parceria, dedicação e paciência nesse e em outros trabalhos.

Aos atuais e antigos membros do *Laboratório de Materiais Dentários (LAMAD)*, pela amizade, apoio e ensino: professora *Carmem Beatriz Borges Fortes, Letícia Moreira, Mariele Brambila de Araújo, Stéfani Becker Rodrigues, Érika Dias, Bruna Genari, Carolina Rocha Augusto, Marília Paulus, Marcela Souza, Priscila Bohn, Flávia Rostirolla, Daniela Andrioli, Mariana Klein, Gabriela Balbinot, Camila Provenzi, Tamy Kowalski, Isadora Garcia e Carolina Centenaro*.

Ao *Laboratório de Bioquímica e Microbiologia (LABIM)*, em especial à professora *Clarissa Fatturi Parolo* e à *Luísa Mercado*, pela disponibilidade na realização dos testes antimicrobianos desse trabalho.

Ao *Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq)*, pelo investimento que realiza na pesquisa e pela bolsa de Iniciação Científica – PIBIC.

Aos meus pais, *Luciana Dapper dos Santos* e *Renato Pereira dos Santos*, por considerarem que a educação e o estudo são os maiores bens que se pode dar a um filho, pelo apoio e pela confiança que sempre depositaram em mim.

Aos meus irmãos, ***Renata Dapper Santos*** e ***Vinícius Dapper Santos***, por serem exemplos de que todos os nossos sonhos podem ser realizados, desde que tenhamos dedicação e persistência.

À minha avó, ***Mercilda Dapper***, por me ensinar que, mesmo que a vida nos dê rasteiras, resolver com bom humor fica mais fácil.

Ao meu namorado, ***Pedro Schuch Mallmann***, pelo apoio, parceria e dedicação em todos os momentos.

A todos os meus colegas de ***ATO 13/01***, em especial às minhas amigas ***Caroline Simão Sarti***, ***Natália Telles Ferreira*** e ***Vanessa Scheffer de Mattos***, por tornarem a minha graduação muito mais fácil e divertida.

A todos que, de uma forma ou de outra, contribuíram na minha formação acadêmica.

Há verdadeiramente duas coisas diferentes: saber e crer que se sabe. A ciência reside em saber; em crer que se sabe reside a ignorância.

Hipócrates

RESUMO

SANTOS, Paula Dapper. **Desenvolvimento e caracterização de um cimento endodôntico resinoso contendo α -fosfato tricálcico e clorexidina.** 2013. 30 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Odontologia) – Faculdade de Odontologia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2013.

O objetivo do presente estudo foi desenvolver e caracterizar um cimento endodôntico a base de metacrilato contendo α -fosfato tricálcico (α -TCP) e clorexidina (CHX). A resina base foi formulada utilizando-se: 70% de UDMA, 15% de BISEMA e 15% de GDMA. Para conferir radiopacidade foi adicionado 60% de trifluoreto de itérbio, em peso. Foram formados nove grupos experimentais adicionando-se diferentes de concentrações, em peso, de α -TCP e CHX: 0/0; 0/2,5; 0/5; 25/0; 25/2,5; 25/5; 50/0; 50/2,5; 50/5%. Os cimentos foram submetidos aos testes de disco de difusão, inibição por contato direto, radiopacidade, escoamento, espessura de película, sorção, solubilidade, pH e grau de conversão. A adição de clorexidina inibiu o crescimento microbiano. Todos os grupos apresentaram radiopacidade superior a 3 mm de alumínio. O escoamento variou de $15,09 \pm 0,11$ a $17,33 \pm 0,48$ mm. Todos os cimentos apresentaram espessura de película inferior a 50 μ m. A adição de clorexidina aumentou a solubilidade, não interferindo na sorção. Os resultados de pH foram próximos à neutralidade em todos os grupos. Todos os grupos apresentaram grau de conversão superior a 60%. Conclui-se que a adição CHX e α -TCP apresenta-se de forma promissora no desenvolvimento de cimentos endodônticos experimentais.

Palavras-chave: Cimentos de resina. Metacrilatos. Clorexidina.

ABSTRACT

SANTOS, Paula Dapper. . **Development and characterization of a methacrylate-based endodontic sealer containing α -tricalcium phosphate and chlorhexidine.** 2013. 30 f. Final Paper (Graduation in Dentistry) – Faculdade de Odontologia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2013.

The aim of this study was to develop and characterize a methacrylate-based endodontic sealer containing α -tricalcium phosphate (α -TCP) and chlorhexidine (CHX). The base resin was formulated using: 70% of UDMA, 15% of BISEMA and 15% of GDMA. Ytterbium trifluoride was added as a radiopacifier agent - 60%wt. Nine experimental groups were formulated adding different concentration, in weight, of α -TCP and CHX: 0/0; 0/2.5; 0/5; 25/0; 25/2.5; 25/5; 50/0; 50/2.5; 50/5%. Sealers were submitted to microbial growth, diffusion disc, radiopacity, flow, film thickness, sorption and solubility, pH and degree of conversion tests. The addition of chlorhexidine inhibited bacterial growth. All groups presented radiopacity superior than 3mmAl. The flow varied from 15.09 ± 0.11 to 17.33 ± 0.48 mm. All sealers presented film thickness inferior than 50 μ m. The addition of chlorhexidine increased the solubility, but did not interfered in sorption. pH results were close to neutrality in all groups. All groups presented degree of conversion superior than 60%. The addition of CHX and α -TCP appear a promising filler in develop of experimental endodontic sealers.

Keywords: Resin cements. Methacrylates. Chlorhexidine.

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	10
2	OBJETIVO.....	12
3	MATERIAIS E MÉTODOS.....	13
3.1	DISCO DE DIFUSÃO.....	15
3.2	INIBIÇÃO POR CONTATO DIRETO.....	15
3.3	RADIOPACIDADE.....	15
3.4	ESCOAMENTO.....	16
3.5	ESPESSURA DE PELÍCULA.....	16
3.6	SORÇÃO E SOLUBILIDADE.....	17
3.7	POTENCIAL HIDROGENIÔNICO.....	17
3.8	GRAU DE CONVERSÃO.....	18
3.9	ANÁLISE DOS DADOS.....	18
4	RESULTADOS.....	19
5	DISCUSSÃO.....	24
6	CONCLUSÃO.....	26
	REFERÊNCIAS.....	27

1 INTRODUÇÃO

O tratamento endodôntico consiste na execução de um preparo químico-mecânico (PQM) seguido da obturação dos canais radiculares (1). O adequado preparo dos canais visa a eliminação dos microorganismos residentes nos condutos. No entanto, sabe-se que, independente da técnica de preparo utilizada, apenas há uma redução na carga bacteriana (1-3).

A obturação do sistema de canais radiculares visa evitar a percolação de fluidos e tornar inviáveis os microrganismos remanescentes após o preparo-químico dos canais (4). Para uma obturação ideal, o cimento endodôntico deve possuir algumas propriedades, como: apresentar radiopacidade que permita distinguí-lo das demais estruturas, possuir bom escoamento, formar uma fina espessura de película, não ser solúvel, possuir biocompatibilidade e capacidade bacteriostática (5).

Resinas a base de monômeros metacrilatos vem sendo utilizadas na composição de cimentos obturadores nos últimos anos. Os polímeros formados após a cura desses cimentos conferem baixa solubilidade, e a apresentação comercial desses materiais facilita o uso, quando comparadas aos cimentos convencionais (6-9). As resinas não são radiopacas, por isso são adicionadas cargas inorgânicas a elas para conferir essa propriedade aos cimentos (6, 7, 10, 11). O trifluoreto de itérbio (YbF_3), por possuir itérbio, uma terra rara de alto peso atômico ($z=173$) e índice de refração de cerca de 1,5, apresenta capacidade de aumentar a radiopacidade de uma matriz resinosa, além de permitir uma adequada polimerização em toda a extensão do canal radicular (12).

Sabe-se que mesmo após um adequado preparo químico-mecânico com utilização de medicação intra-canal a desinfecção do sistema de canais radiculares não é alcançada (2). Por isso, a incorporação de um agente antimicrobiano nos cimentos obturadores é uma alternativa para reduzir a carga bacteriana do sistema de canais radiculares (13). A clorexidina (CHX) é um antimicrobiano catiônico, que apresenta capacidade de inibir o crescimento de uma grande variedade de bactérias Gram-positivas e Gram-negativas e de fungos. Em consequência, muitos materiais estão sendo desenvolvidos com a adição desse agente antimicrobiano (14-19). Além disso, a clorexidina tem mostrado eficácia contra o *Enterococcus faecalis*, microorganismo mais frequentemente associado às falhas de tratamentos endodônticos (20).

Como os cimentos endodônticos estão em íntimo contato com a dentina radicular e com os tecidos periapicais, eles não podem ser citotóxicos e, idealmente, devem ser estimuladores biológicos. Para aumentar o selamento apical, novos materiais que estimulem a deposição iônica estão sendo propostos (21). Visando induzir a remineralização dentinária através da deposição mineral, alguns materiais estão sendo desenvolvidos com a adição de α -fosfato tricálcico (α -TCP), que possui excelente comportamento biológico e capacidade de indução osteogênica (16, 21).

Assim, o desenvolvimento de um cimento endodôntico de base resinosa contendo CHX e α -TCP parece ter potencial para agregar as vantagens desejáveis de eliminar microorganismos residuais do preparo químico-mecânico, estimular o reparo dos tecidos periapicais e promover um selamento apical.

2 OBJETIVO

O objetivo do presente estudo foi desenvolver e caracterizar um cimento endodôntico experimental a base de metacrilato contendo clorexidina e α -fosfato tricálcico.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

O presente estudo *in vitro* foi realizado no Laboratório de Materiais Dentários (LAMAD) e no Laboratório de Bioquímica e Microbiologia (LABIM) da Faculdade de Odontologia da UFRGS.

Os cimentos endodônticos experimentais foram obtidos a partir da mistura de 70% de uretano dimetilmetacrilato (UDMA), 15% de glicerol 1,3 gimetilmetacrilato (GDMA) e 15% de etoxilado bisfenol A glicol dimetacrilato (BISGMA 6), em peso. Para produzir um cimento de cura dual, foi adicionado 0,5% mol de canforoquinona (CQ), 1% mol de di-hidroxi-etil p-toluidina (DHEPT), 1% mol de peróxido de benzoila (BP) e 1% mol de etil 4-dimethylaminobenzoato (EDAB). Para conferir radiopacidade aos cimentos, foi adicionado 60% de trifluoreto de itérbio (YbF_3), em peso, previamente silanizado. A silanização foi realizada usando uma solução que continha 5% de gama-metacriloxipropiltrimetoxissilano (γ -MPTS; Aldrich Chemical Co., Milwaukee, WI, EUA) e 95% de acetona (Labsynth Ltda., Diadema, SP, Brasil), formando uma pasta, que foi armazenada a 37°C durante 24 h, para que o solvente fosse evaporado (11). Foram adicionadas diferentes concentrações, em peso, de α -fosfato tricálcico e de clorexidina, formando nove grupos experimentais, conforme o Quadro 1. A fotoativação dos cimentos foi realizada por 60 s com um aparelho fotopolimerizador LED, com irradiação de 1200 mW/cm² (Radii cal, SDI, Bayswater, Austrália).

Os cimentos endodônticos formados serão avaliados pelos testes de disco de difusão, inibição por contato direto, radiopacidade, escoamento, espessura de película, sorção e solubilidade, pH e grau de conversão.

Quadro 1 – Composição dos cimentos endodônticos experimentais.

Grupo	Monômeros (Peso)	Iniciadores	Radiopatzante (Peso)	Carga Inorgânica (Peso)	Agente antimicrobiano (Peso)
0 CHX/ 0 TCP	70% UDMA 15% BISEMA 15% GDMA	0,5%mol CQ 1%mol DHEPT 1%mol BP 1%mol EDAB 0,01% BHT	60% YbF ₃	0% α -TCP	0% CHX
2,5 CHX/ 0 TCP	70% UDMA 15% BISEMA 15% GDMA	0,5%mol CQ 1%mol DHEPT 1%mol BP 1%mol EDAB 0,01% BHT	60% YbF ₃	0% α -TCP	2,5% CHX
5 CHX/ 0 TCP	70% UDMA 15% BISEMA 15% GDMA	0,5%mol CQ 1%mol DHEPT 1%mol BP 1%mol EDAB 0,01% BHT	60% YbF ₃	0% α -TCP	5% CHX
0 CHX/ 25 TCP	70% UDMA 15% BISEMA 15% GDMA	0,5%mol CQ 1%mol DHEPT 1%mol BP 1%mol EDAB 0,01% BHT	60% YbF ₃	25% α -TCP	0% CHX
2,5 CHX/ 25 TCP	70% UDMA 15% BISEMA 15% GDMA	0,5%mol CQ 1%mol DHEPT 1%mol BP 1%mol EDAB 0,01% BHT	60% YbF ₃	25% α -TCP	2,5% CHX
5 CHX/ 25 TCP	70% UDMA 15% BISEMA 15% GDMA	0,5%mol CQ 1%mol DHEPT 1%mol BP 1%mol EDAB 0,01% BHT	60% YbF ₃	25% α -TCP	5% CHX
0 CHX/ 50 TCP	70% UDMA 15% BISEMA 15% GDMA	0,5%mol CQ 1%mol DHEPT 1%mol BP 1%mol EDAB 0,01% BHT	60% YbF ₃	50% α -TCP	0% CHX
2,5 CHX/ 50 TCP	70% UDMA 15% BISEMA 15% GDMA	0,5%mol CQ 1%mol DHEPT 1%mol BP 1%mol EDAB 0,01% BHT	60% YbF ₃	50% α -TCP	2,5% CHX
5 CHX/ 50 TCP	70% UDMA 15% BISEMA 15% GDMA	0,5%mol CQ 1%mol DHEPT 1%mol BP 1%mol EDAB 0,01% BHT	60% YbF ₃	50% α -TCP	5% CHX

3.1 DISCO DE DIFUSÃO

No ensaio de disco de difusão, cinco amostras cilíndricas de 10,0 mm de diâmetro e 1,0 mm de espessura foram confeccionadas para cada grupo e submetidos a esterilização em plasma de peróxido de hidrogênio. Nove placas de Petri contendo ágar de BHI foram inoculadas com uma solução de 200 µL de bactérias tomados a partir de diluições em série até 10^{-4} de uma cultura de *Enterococcus faecalis* com absorvância de 600 nm ajustada. Os espécimes de cada grupo foram posicionados sobre a solução e mantidos abertos para a evaporação dos inóculos. As placas foram incubadas durante 24 h a 37 °C, sob condições anaeróbicas. Após, os diâmetros das zonas de inibição em torno dos corpos de prova foram mensurados com um paquímetro digital.

3.2 INIBIÇÃO POR CONTATO DIRETO

Para o teste de inibição por contato direto, 2 espécimes cilíndricos com 3,0 mm de diâmetro e 1,0 mm de espessura foram confeccionados por grupo e submetidos a esterilização em plasma de peróxido de hidrogênio. Utilizando uma placa de 96 poços de fundo plano, os corpos de prova foram submersos em poços contendo 300 µL de caldo BHI. Em seguida, cada poço foi inoculado com 20 µL de uma suspensão de *Enterococcus faecalis*, sendo a absorvância de 600 nm ajustada previamente. Além disso, 2 poços contendo 300 µL de caldo BHI foram inoculados com 20 µL da suspensão, sem a colocação de corpos de prova, constituindo um grupo controle positivo. Para controlar a assepsia do meio, dois poços foram preenchidos com 300 µL de caldo BHI. Noventa microlitros do conteúdo de cada um dos poços foram diluídos em solução salina até 10^{-6} . As diluições de 10^{-1} , 10^{-2} , 10^{-3} , 10^{-4} , 10^{-5} e 10^{-6} foram plaqueadas em agar BHI, utilizando-se quatro gotas de 25 µl para cada diluição. As placas foram armazenadas em condições anaeróbicas a 37 °C durante 24 h. Após, o número de unidades formadoras de colônia foi contado visualmente e, considerando as diluições, foi convertido em unidades formadoras de colônia por mililitro (UFC/ml), sendo os resultados apresentados em escala logarítmica.

3.3 RADIOPACIDADE

A avaliação da radiopacidade dos cimentos experimentais foi determinada de acordo com a ISO 6876:2001 (22). Foram confeccionados cinco corpos de prova com $10,0 \pm 0,10$

mm de diâmetro e $1,0 \pm 0,01$ mm de espessura por grupo experimental. As imagens radiográficas foram obtidas em placas de fósforo (VistaScan; Durrres mais GmbH & Co. KG, Bietigheim-Bissingen, Alemanha) utilizando-se uma exposição de 0,4 s, a 70 kV e 8 mA, e uma distância foco-filme de 400 mm. Em todas as tomadas radiográficas, uma escala de alumínio com espessura de 1,0 a 8,0 mm, em incrementos de 1,0 mm, foi posicionada juntamente aos corpos de prova. As imagens foram salvas em formato TIFF e a densidade de pixels de cada corpo de prova e de cada incremento da escala de alumínio foi determinada usando o software ImageJ (Wayne Rasband, National Institutes of Health, EUA). Os valores de média e desvio padrão da densidade de pixels, tanto dos corpos de prova quanto da escala de alumínio foram obtidos em uma área de $1,5 \text{ mm}^2$ (12).

3.4 ESCOAMENTO

O teste de escoamento foi realizado de acordo com a ISO 6876:2001 (22). Usando uma seringa graduada, 0,5 ml de cimento foi dispensado sobre uma placa de vidro com dimensões de 40,00 x 40,00 x 5,00 mm. Outra placa idêntica e um peso de 100 g foram colocados sobre o material durante 10 min. Após esse período, a massa foi removida. Então, o maior e o menor diâmetro do disco formado pelo cimento foram mensurados com um paquímetro digital e, caso a diferença entre os dois resultados fosse maior que 1,00 mm, o teste era repetido. Os valores de escoamento foram determinados pela média dos diâmetros de cada disco formado. Para cada grupo experimental, o teste foi repetido três vezes.

3.5 ESPESSURA DE PELÍCULA

O ensaio de espessura de película foi realizado de acordo com a ISO 6876:2001 (22). Duas placas de vidro com dimensões de 40,0 x 40,0 x 5,0 mm tiveram suas espessuras somadas mensuradas. Foi dispensado 0,5 ml de cimento experimental sobre o centro de uma das placas e, sobre ela, colocada a outra placa. Durante 10 min, 150 N foram aplicados sobre o conjunto. Após esse período, a espessura do conjunto foi mensurada. A diferença entre as duas espessuras mensuradas é o resultado de espessura de película. Para cada grupo experimental, o teste foi repetido três vezes, sendo a média dos valores de cada repetição o valor da espessura de película.

3.6 SORÇÃO E SOLUBILIDADE

Os testes de sorção e de solubilidade foram realizados baseados na ISO 4049, diferenciando nas dimensões e no número de espécimes (23). Três espécimes de $10,0 \pm 0,10$ mm de diâmetro e $1,0 \pm 0,01$ mm de espessura foram confeccionados para cada grupo. Os corpos de prova foram armazenados em frascos individuais em dessecadores contendo sílica gel (livres de umidade), a 37°C . Os corpos de prova tiveram sua massa aferida em uma balança analítica (AUW220D, Shimadzu, Tóquio, Japão) até que fosse obtida uma massa constante (M1); ou seja, que a massa não variasse 0,1 mg em um período de 24 h. O volume (V) de cada corpo de prova foi calculado a partir das dimensões de cada corpo de prova, os quais foram mensurados através de duas verificações de diâmetro e cinco verificações de espessura, usando um paquímetro digital. Após, os corpos de prova foram submersos em água destilada a 37°C durante 7 dias. Os corpos de prova foram removidos do líquido e o excesso de umidade removido com papel absorvente e suas massas foram aferidas (M2). Então, os corpos de prova foram armazenados novamente em ambiente livre de umidade a 37°C , até que uma nova massa constante fosse obtida (M3). Os resultados de sorção e de solubilidade, em $\mu\text{g}/\text{mm}^3$, foram calculados com as seguintes equações:

$$\text{SORÇÃO} = M2 - M3 / V$$

$$\text{SOLUBILIDADE} = M1 - M3 / V$$

3.7 POTENCIAL HIDROGENIÔNICO

Para o teste de potencial hidrogeniônico (pH), nove espécimes cilíndricos com $10,0 \pm 0,10$ mm de diâmetro e $1,0 \pm 0,01$ mm de espessura foram confeccionados por grupo. Os corpos de prova foram submersos em 10 ml de água destilada por três períodos distintos: 1 dia (3 espécimes), 7 dias (3 espécimes) e 28 dias (três espécimes). Após os períodos, os líquidos nos quais os espécimes foram submersos tiveram seu pH aferido em um pHmetro digital (pH 21, Hanna Instruments, São Paulo, Brasil).

3.8 GRAU DE CONVERSÃO

O grau de conversão dos materiais experimentais foi avaliado por meio de espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) em um espectrômetro (Vertex 70, Bruker Optics, Ettlingen, Alemanha) equipado com um dispositivo de reflectância total atenuada (Platinum ATR-QL, Bruker Optics, Ettlingen, Alemanha) composto por um cristal horizontal de diamante. Um suporte acoplado ao espectrômetro para fixar a unidade de fotopolimerização garantiu a padronização da distância entre a ponta da fibra ótica e a amostra em 5,0 mm. Uma gota de cada amostra (n=3) foi dispensada diretamente sobre o cristal de ATR e fotoativada durante 60 s. Os espectros de absorbância foram obtidos antes e depois da polimerização da amostra em um software (Opus 6.5, Bruker Optics, Ettlingen, Alemanha).

A porcentagem de ligações duplas carbono-carbono reagidas (%C=C) foi determinada através do quociente das intensidades de absorbância entre as ligações duplas de carbono alifáticas (pico em 1640cm^{-1}) e o padrão interno, antes e após a fotoativação das amostras. A absorbância da ligação aromática carbono-carbono (pico em 1610cm^{-1}) foi usada como padrão interno. O grau de conversão (GC) foi determinado a partir da equação:

$$\text{GC} = 1 - \left(\frac{\text{absorbância } (1640 \text{ cm}^{-1}) / \text{absorbância } (1610 \text{ cm}^{-1}) \text{ polímero}}{\text{absorbância } (1640 \text{ cm}^{-1}) / \text{absorbância } (1610 \text{ cm}^{-1}) \text{ monômero}} \right) \times 100$$

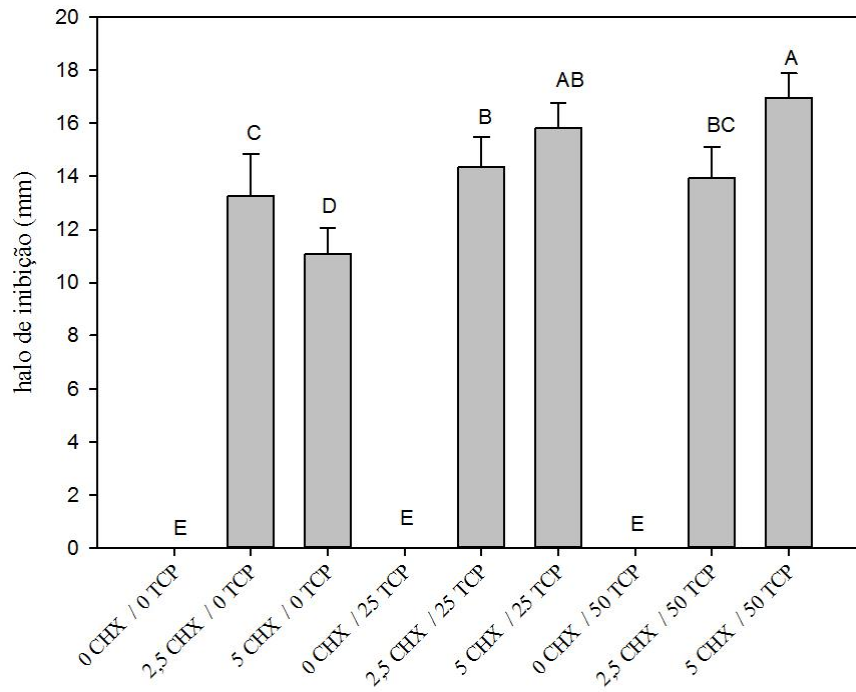
3.9 ANÁLISE DOS DADOS

Os dados foram analisados por meio de ANOVA e análise de comparações múltiplas de Tukey a um nível de significância de 5%.

4 RESULTADOS

Os resultados do teste de disco de difusão estão apresentados na Figura 1. A análise realizada foi ANOVA de uma via ($p < 0,001$) e teste Tukey.

Figura 1 – Média e desvio padrão, em milímetros, dos resultados do teste de disco de difusão.

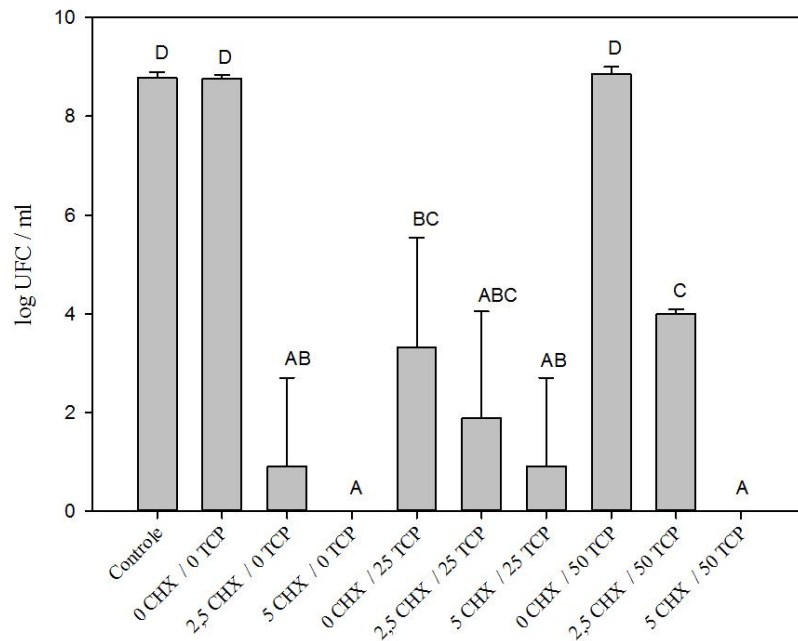


Letras diferentes indicam diferença entre os grupos.

Fonte: da autora.

Os resultados do teste de inibição por contato direto estão apresentados na Figura 2. A análise realizada foi ANOVA de uma via ($p < 0,001$) e teste Tukey.

Figura 2 – Média e desvio padrão, em log UFC/ml, do teste de inibição por contato direto.

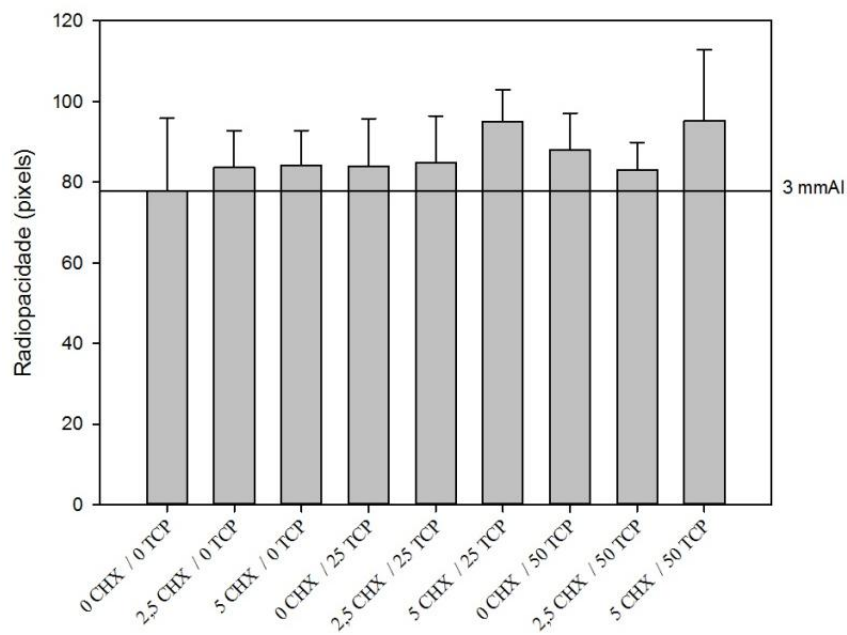


Letras diferentes indicam diferença entre os grupos.

Fonte: da autora.

Os resultados de radiopacidade dos cimentos endodônticos experimentais estão expressos na Figura 3. A análise realizada foi de ANOVA de 1 via ($p=0,208$). Nenhum grupo apresentou diferença quando comparado a 3 mmAl.

Figura 3 – Média e desvio padrão da radiopacidade, em pixels, dos cimentos endodônticos experimentais.



Fonte: da autora.

Os resultados de escoamento estão apresentados na Tabela 1.

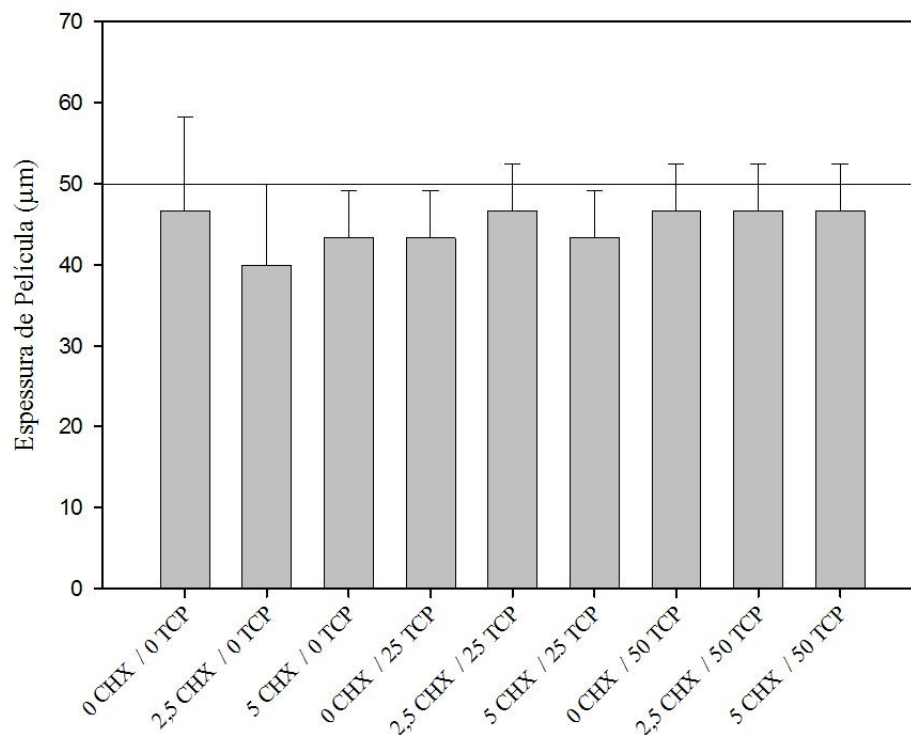
Tabela 1 – Média e desvio padrão, em milímetros, do escoamento dos cimentos endodônticos experimentais.

GRUPO	Média ± Desvio Padrão (mm)
0 CHX / 0 TCP	16,11 ± 0,55 BCDE
2,5 CHX / 0 TCP	15,09 ± 0,11 E
5 CHX / 0 TCP	17,47 ± 0,42 A
0 CHX / 25 TCP	15,55 ± 0,03 DE
2,5 CHX / 25 TCP	15,81 ± 0,26 CDE
5 CHX / 25 TCP	16,92 ± 0,39 ABC
0 CHX / 50 TCP	17,22 ± 0,74 AB
2,5 CHX / 50 TCP	17,33 ± 0,48 AB
5 CHX / 50 TCP	16,65 ± 0,59 ABCD

Letras maiúsculas diferentes indicam diferença entre os grupos ($p < 0,001$).

Os resultados de espessura de película estão apresentados na Figura 4. Todos os grupos apresentaram valores médios de espessura de película inferior a 50 μm .

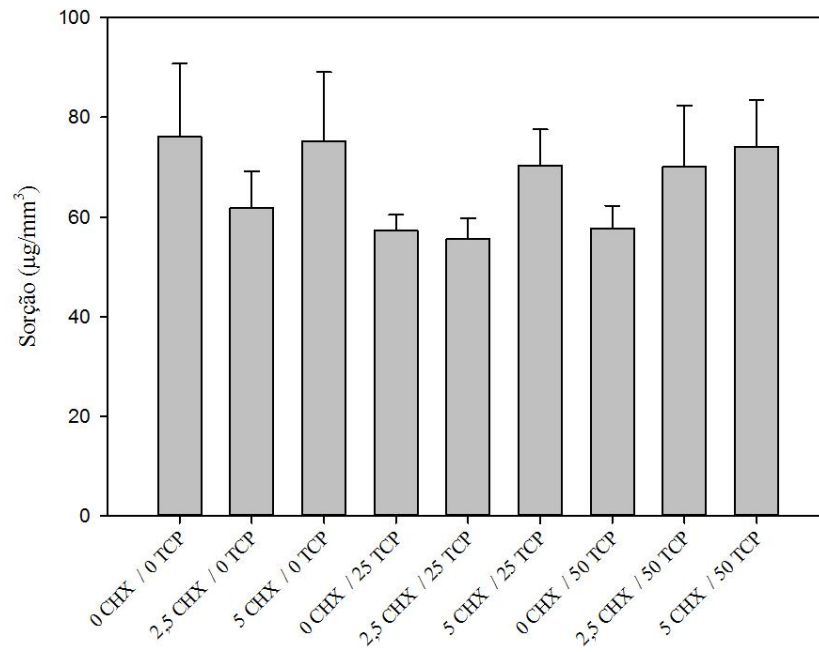
Figura 4 – Média e desvio padrão, em μm , de espessura de película dos cimentos experimentais.



Fonte: da autora.

Os resultados de sorção estão apresentados na Figura 5. A análise realizada foi ANOVA de uma via ($p=0,066$) e Teste Tukey. Não houve diferença entre os grupos.

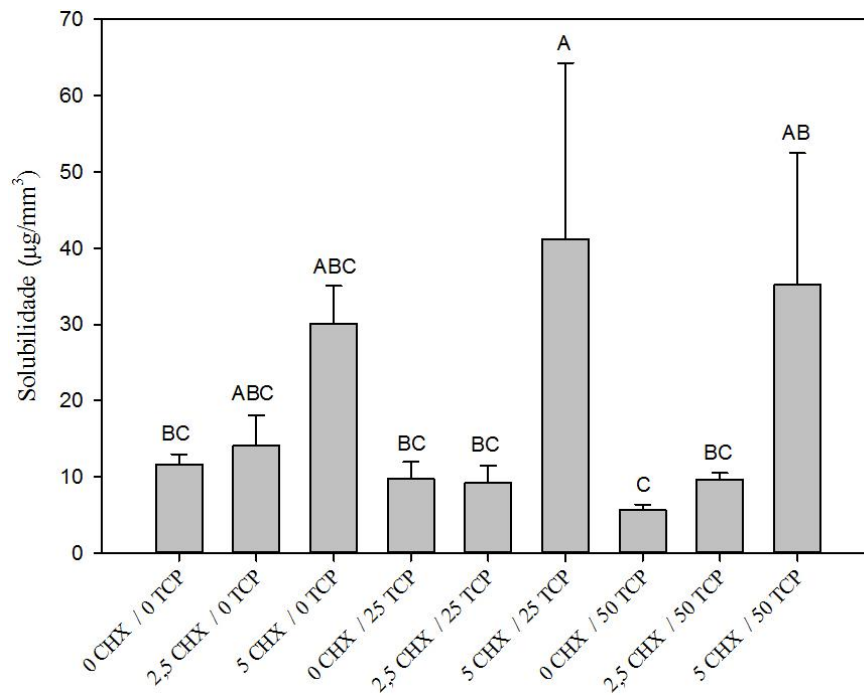
Figura 5 – Média e desvio padrão, em $\mu\text{g}/\text{mm}^3$, da sorção dos cimentos experimentais.



Fonte: da autora.

Os resultados de solubilidade estão apresentados na Figura 6. A análise realizada foi ANOVA de uma via ($p=0,002$) e teste Tukey.

Figura 6 – Média e desvio padrão, em $\mu\text{g}/\text{mm}^3$, da solubilidade dos cimentos experimentais



Letras diferentes indicam diferença entre os grupos.

Fonte: da autora.

Os resultados de pH estão apresentados na Tabela 2.

Tabela 2 – Média e desvio padrão do pH dos cimentos endodônticos experimentais.

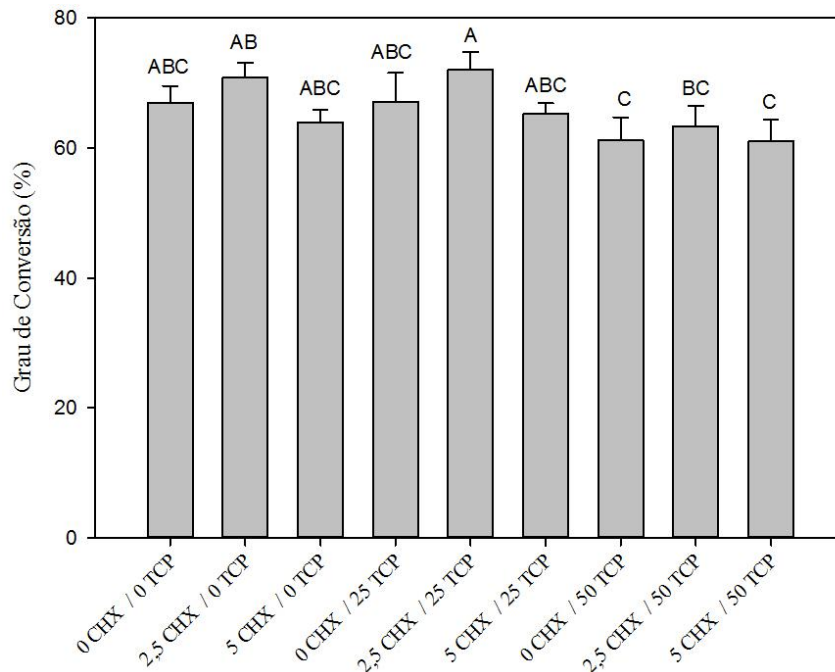
GRUPO	1 dia	7 dias	28 dias
0 CHX, 0 TCP	7,18 ± 0,95 A,a	7,19 ± 0,79 A,a	7,23 ± 0,18 A,a
2,5 CHX, 0 TCP	6,65 ± 0,35 A,a	6,72 ± 0,22 AB,a	6,67 ± 0,34 A,a
5 CHX, 0 TCP	6,79 ± 0,24 A,a	6,40 ± 0,27 B,a	5,40 ± 0,07 B,b
0 CHX, 25 TCP	6,96 ± 0,08 A,a	6,81 ± 0,08 AB,a	6,89 ± 0,24 A,a
2,5 CHX, 25 TCP	6,87 ± 0,11 A,a	6,97 ± 0,18 AB,a	6,94 ± 0,22 A,a
5 CHX, 25 TCP	6,58 ± 0,23 A,a	6,62 ± 0,11 AB,a	5,72 ± 0,06 B,b
0 CHX, 50 TCP	6,74 ± 0,04 A,a	7,20 ± 0,01 A,a	6,77 ± 0,07 A,a
2,5 CHX, 50 TCP	6,97 ± 0,01 A,a	6,85 ± 0,00 AB,a	6,71 ± 0,06 A,a
5 CHX, 50 TCP	6,76 ± 0,04 Aa	6,62 ± 0,02 AB,a	5,62 ± 0,04 B,b

Letras maiúsculas diferentes indicam diferença entre os grupos na mesma coluna ($p < 0,001$).

Letras minúsculas diferentes indicam diferença entre os grupos na mesma linha ($p < 0,001$).

Os resultados de grau de conversão estão apresentados na Figura 7. A análise realizada foi ANOVA de uma via ($p = 0,002$) e teste Tukey. Todos os grupos apresentaram grau de conversão superior a 60%.

Figura 7 – Média e desvio padrão do grau de conversão dos cimentos endodônticos experimentais.



Letras diferentes indicam diferença entre os grupos.

Fonte: da autora.

5 DISCUSSÃO

No presente estudo, clorexidina e α -fosfato tricálcico, um agente antimicrobiano e uma carga inorgânica, foram adicionados a uma matriz resinosa para o desenvolvimento de um cimento endodôntico. O cimento obtido apresentou potencial antimicrobiano e propriedades adequadas para utilização como cimento obturador de canais.

A clorexidina é um conhecido agente antimicrobiano (13-16, 24, 25) e vem sendo adicionada a diversos materiais odontológicos com o intuito de agregar essa propriedade aos materiais (13, 14, 16, 18, 26-28). Assim como foi apresentado por Hiraishi et al. 2010 (13, 18), a adição de clorexidina à resina de metacrilato conferiu a capacidade de inibir o crescimento de *Enterococcus faecalis*.

A radiopacidade é uma propriedade fundamental para os cimentos endodônticos, pois permite que eles sejam visualizados na radiografia após a obturação (29). Como as resinas de metacrilato são radiolúcidas, a incorporação de cargas inorgânicas é fundamental para conferir radiopacidade aos cimentos (10, 12). A adição de trifluoreto de itérbio conferiu radiopacidade equivalente a 3 mmAl, como é preconizado pela norma de cimentos endodônticos (22). Tanto o α -TCP quanto a CHX apresentam composição de baixo peso atômico (30, 31), por isso sua adição aos cimentos não potencializou a radiopacidade, uma vez que o grau de radiopacidade é dependente do peso atômico (32).

Um cimento endodôntico deve ter a capacidade de escoar o suficiente para atingir toda a extensão do canal radicular, gerando íntimo contato do material com a superfície radicular (33). A ISO 6876:2001 preconiza que um cimento endodôntico deve apresentar escoamento mínimo de 20 mm (22). Os resultados de escoamento variaram entre $15,09 \pm 0,11$ e $17,47 \pm 0,42$ mm, não atingindo os valores normatizados para cimentos a base de água. No entanto, materiais com esses valores já apresentam viscosidade que permite a execução de uma adequada técnica obturadora (34). Além disso, cimentos endodônticos comerciais de matriz resinosa, como AH-Plus e Epiphany, apresentam resultados inferiores de escoamento tanto aos preconizados pela norma quanto aos encontrados nesse trabalho (35). Da mesma forma, a espessura de película é uma importante propriedade dos cimentos endodônticos, pois, quanto menor, maior capacidade de preencher os espaços vazios dos canais (33). A média dos resultados de espessura de película foi inferiores a 50 μ m, que é o valor de referência da ISO 6876:2001 (22).

Os testes de sorção e de solubilidade foram realizados com o intuito de verificar a estabilidade do material frente à degradação hidrolítica (28, 36, 37), sendo que os cimentos endodônticos a base de metacrilato apresentam baixa solubilidade quando comparados aos cimentos a base de água (38). A solubilização da clorexidina, seguida da degradação polimérica dos cimentos, pode levar a lixiviação dos componentes, causando irritação periapical (26, 28, 36, 37, 39), além de criar espaços entre o material e o canal radicular, podendo favorecer a infiltração de bactérias (40). A adição de clorexidina não influenciou na sorção dos cimentos, apesar de aumentar os valores de solubilidade. No estudo de Hiraishi et al. 2008, a adição de clorexidina também manteve os valores de sorção e aumentou os valores de solubilidade (26). Com isso, pode-se supor que há maior concentração de clorexidina na superfície do material, gerando resultados mais altos de solubilidade. Um material obturador que tornasse o meio ácido poderia causar irritação aos tecidos periapicais (41). Apesar de todos os grupos apresentarem pH próximo à neutralidade, aqueles com adição de clorexidina em 7 e 28 dias tornaram o meio levemente ácido quando comparado aos demais.

O grau de conversão consiste na conversão das ligações duplas alifáticas de carbono dos monômeros em ligações simples de carbono dos polímeros (42, 43). Sabe-se que a polimerização inadequada de uma matriz resinosa está associada a problemas, tais como a degradação do polímero e o comprometimento de suas propriedades (44). Mesmo havendo diferença entre os cimentos desenvolvidos, todos os valores encontrados nesse trabalho são superiores a 60%. Esses resultados são superiores aos encontrados na literatura para cimentos endodônticos comerciais de matriz resinosa (42, 44, 45).

O fosfato tricálcico vem sendo empregado em biomateriais implantáveis, pois apresenta características satisfatórias, como biocompatibilidade e potencial deposição mineral (16, 21). Essa deposição mineral se dá através da capacidade que ele apresenta em saturar o meio com ions fosfato e cálcio, induzindo a precipitação (30, 46). Além disso, em meio aquoso, o TCP pode precipitar-se na forma de hidroxiapatita (47, 48). Sendo assim, a adição de α -TCP no cimento pode conferir um potencial de propiciar a deposição mineral na interface dentina-cimento e estimular o reparo dos tecidos periapicais.

A adição de α -TCP e de clorexidina interferiu nas propriedades dos cimentos endodônticos desenvolvidos. Sendo assim, a adição deles produziu resultados satisfatórios nos cimentos endodônticos experimentais a base de metacrilato desenvolvidos.

6 CONCLUSÃO

Conclui-se que cimentos resinosos experimentais com CHX e α -TCP apresentam propriedades favoráveis que os tornam potencialmente promissores como cimentos endodônticos.

REFERÊNCIAS

1. Lin LM, Skribner JE, Gaengler P. Factors associated with endodontic treatment failures. *J Endod.* 1992 Dec;18(12):625-7.
2. Baer J, Maki JS. In vitro evaluation of the antimicrobial effect of three endodontic sealers mixed with amoxicillin. *J Endod.* 2010 Jul;36(7):1170-3.
3. Siqueira JF, Jr., Rocas IN. Clinical implications and microbiology of bacterial persistence after treatment procedures. *J Endod.* 2008 Nov;34(11):1291-301 e3.
4. Bodrumlu E, Tunga U. The apical sealing ability of a new root canal filling material. *Am J Dent.* 2007 Oct;20(5):295-8.
5. Tanomaru Filho M, Leonardo MR, Silva LA, Utrilla LS. Effect of different root canal sealers on periapical repair of teeth with chronic periradicular periodontitis. *Int Endod J.* 1998 Mar;31(2):85-9.
6. Leitune VC, Takimi A, Collares FM, Santos PD, Provenzi C, Bergmann CP, et al. Niobium pentoxide as a new filler for methacrylate-based root canal sealers. *Int Endod J.* 2013 Mar;46(3):205-10.
7. Pane ES, Palamara JE, Messer HH. Behavior of resin-based endodontic sealer cements in thin and thick films. *Dent Mater.* 2012 Sep;28(9):e150-9.
8. Kuga MC, So MV, De Campos EA, Faria G, Keine KC, Dantas AA, et al. Persistence of endodontic methacrylate-based cement residues on dentin adhesive surface treated with different chemical removal protocols. *Microsc Res Tech.* 2012 Oct;75(10):1432-6.
9. Calixto LR, Bandeca MC, Clavijo V, Andrade MF, Vaz LG, Campos EA. Effect of resin cement system and root region on the push-out bond strength of a translucent fiber post. *Oper Dent.* 2012 Jan-Feb;37(1):80-6.
10. Chen F, Liu C, Mao Y. Bismuth-doped injectable calcium phosphate cement with improved radiopacity and potent antimicrobial activity for root canal filling. *Acta Biomater.* 2010 Aug;6(8):3199-207.
11. Collares FM, Leitune VC, Rostirolla FV, Trommer RM, Bergmann CP, Samuel SM. Nanostructured hydroxyapatite as filler for methacrylate-based root canal sealers. *Int Endod J.* 2012 Jan;45(1):63-7.
12. Collares FM, Ogliari FA, Lima GS, Fontanella VR, Piva E, Samuel SM. Ytterbium trifluoride as a radiopaque agent for dental cements. *Int Endod J.* 2010 Sep;43(9):792-7.
13. Hiraishi N, Yiu CK, King NM, Tay FR. Chlorhexidine release and antibacterial properties of chlorhexidine-incorporated polymethyl methacrylate-based resin cement. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2010 Jul;94(1):134-40.
14. Leung D, Spratt DA, Pratten J, Gulabivala K, Mordan NJ, Young AM. Chlorhexidine-releasing methacrylate dental composite materials. *Biomaterials.* 2005 Dec;26(34):7145-53.

15. Young AM, Ng PY, Gbureck U, Nazhat SN, Barralet JE, Hofmann MP. Characterization of chlorhexidine-releasing, fast-setting, brushite bone cements. *Acta Biomater.* 2008 Jul;4(4):1081-8.
16. Mehdawi I, Neel EA, Valappil SP, Palmer G, Salih V, Pratten J, et al. Development of remineralizing, antibacterial dental materials. *Acta Biomater.* 2009 Sep;5(7):2525-39.
17. Cadenaro M, Pashley DH, Marchesi G, Carrilho M, Antonioli F, Mazzoni A, et al. Influence of chlorhexidine on the degree of conversion and E-modulus of experimental adhesive blends. *Dent Mater.* 2009 Oct;25(10):1269-74.
18. Hiraishi N, Yiu CK, King NM, Tay FR. Effect of chlorhexidine incorporation into a self-etching primer on dentine bond strength of a luting cement. *J Dent.* 2010 Jun;38(6):496-502.
19. Souza M, Cecchin D, Farina AP, Leite CE, Cruz FF, Pereira Cda C, et al. Evaluation of chlorhexidine substantivity on human dentin: a chemical analysis. *J Endod.* 2012 Sep;38(9):1249-52.
20. Stuart CH, Schwartz SA, Beeson TJ, Owatz CB. *Enterococcus faecalis*: its role in root canal treatment failure and current concepts in retreatment. *J Endod.* 2006 Feb;32(2):93-8.
21. Alani A, Knowles JC, Chrzanowski W, Ng YL, Gulabivala K. Ion release characteristics, precipitate formation and sealing ability of a phosphate glass-polycaprolactone-based composite for use as a root canal obturation material. *Dent Mater.* 2009 Mar;25(3):400-10.
22. International Organization for Standardization. ISO 6876: dental root canal sealing materials. Geneva; 2001.
23. International Organization for Standardization. ISO 4049: Polymer-based filling, retorative and luting materials. Geneva; 2000.
24. Neelakantan P, Subbarao C, Sharma S, Subbarao CV, Garcia-Godoy F, Gutmann JL. Effectiveness of curcumin against *Enterococcus faecalis* biofilm. *Acta Odontol Scand.* 2013 Feb 11.
25. Atila-Pektas B, Yurdakul P, Gulmez D, Gorduysus O. Antimicrobial effects of root canal medicaments against *Enterococcus faecalis* and *Streptococcus mutans*. *Int Endod J.* 2013 May;46(5):413-8.
26. Hiraishi N, Yiu CK, King NM, Tay FR, Pashley DH. Chlorhexidine release and water sorption characteristics of chlorhexidine-incorporated hydrophobic/hydrophilic resins. *Dent Mater.* 2008 Oct;24(10):1391-9.
27. Sanders BJ, Gregory RL, Moore K, Avery DR. Antibacterial and physical properties of resin modified glass-ionomers combined with chlorhexidine. *J Oral Rehabil.* 2002 Jun;29(6):553-8.

28. Yiu CK, King NM, Carrilho MR, Sauro S, Rueggeberg FA, Prati C, et al. Effect of resin hydrophilicity and temperature on water sorption of dental adhesive resins. *Biomaterials*. 2006 Mar;27(9):1695-703.
29. Grossman JJ. Demystifying endodontic diagnosis. *Oral Health*. 1996 Dec;86(12):25-8.
30. Dorozhkin S. Calcium orthophosphates in dentistry. *Journal of Materials Science: Materials in Medicine*. 2013 2013-06-01;24(6):1335-63.
31. Barbin LE, Saquy PC, Guedes DF, Sousa-Neto MD, Estrela C, Pecora JD. Determination of para-chloroaniline and reactive oxygen species in chlorhexidine and chlorhexidine associated with calcium hydroxide. *J Endod*. 2008 Dec;34(12):1508-14.
32. Bowen RL, Cleek GW. X-ray-opaque reinforcing fillers for composite materials. *J Dent Res*. 1969 Jan-Feb;48(1):79-82.
33. Gambarini G, Testarelli L, Pongione G, Gerosa R, Gagliani M. Radiographic and rheological properties of a new endodontic sealer. *Aust Endod J*. 2006 Apr;32(1):31-4.
34. Kaplan AE, Ormaechea MF, Picca M, Canzobre MC, Ubios AM. Rheological properties and biocompatibility of endodontic sealers. *Int Endod J*. 2003 Aug;36(8):527-32.
35. Nawal RR, Parande M, Sehgal R, Naik A, Rao NR. A comparative evaluation of antimicrobial efficacy and flow properties for Epiphany, Guttaflow and AH-Plus sealer. *Int Endod J*. 2011 Apr;44(4):307-13.
36. Ferracane JL. Hygroscopic and hydrolytic effects in dental polymer networks. *Dent Mater*. 2006 Mar;22(3):211-22.
37. Donnelly A, Sword J, Nishitani Y, Yoshiyama M, Agee K, Tay FR, et al. Water sorption and solubility of methacrylate resin-based root canal sealers. *J Endod*. 2007 Aug;33(8):990-4.
38. Ersahan S, Aydin C. Solubility and apical sealing characteristics of a new calcium silicate-based root canal sealer in comparison to calcium hydroxide-, methacrylate resin- and epoxy resin-based sealers. *Acta Odontol Scand*. 2013 May-Jul;71(3-4):857-62.
39. Nerurkar MJ, Zentner GM, Rytting JH. Effect of chloride on the release of chlorhexidine salts from methyl methacrylate: 2-hydroxyethyl methacrylate copolymer reservoir devices. *Journal of Controlled Release*. 1995;33(3):357-63.
40. McMichen FR, Pearson G, Rahbaran S, Gulabivala K. A comparative study of selected physical properties of five root-canal sealers. *Int Endod J*. 2003 Sep;36(9):629-35.
41. Guerreiro-Tanomaru JM, Morgental RD, Flumignan DL, Gasparini F, Oliveira JE, Tanomaru-Filho M. Evaluation of pH, available chlorine content, and antibacterial activity of endodontic irrigants and their combinations against *Enterococcus faecalis*. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod*. 2011 Jul;112(1):132-5.

42. Tonetto MR, Pinto SC, Rastelli Ade N, Borges AH, Saad JR, Pedro FL, et al. Degree of conversion of polymer-matrix composite assessed by FTIR analysis. *J Contemp Dent Pract*. 2013 Jan-Feb;14(1):76-9.
43. Sideridou I, Tserki V, Papanastasiou G. Effect of chemical structure on degree of conversion in light-cured dimethacrylate-based dental resins. *Biomaterials*. 2002 Apr;23(8):1819-29.
44. Bandéca MC, El-Mowafy O, Saade EG, Rastelli ANS, Bagnato VS, Porto-Neto ST. Changes on degree of conversion of dual-cure luting light-cured with blue LED. *Laser Phys*. 2009 2009/05/01;19(5):1050-5.
45. Souza-Junior EJ, Borges BC, Oliveira DC, Brandt WC, Hirata R, Silva EJ, et al. Influence of the curing mode on the degree of conversion of a dual-cured self-adhesive resin luting cement beneath ceramic. *Acta Odontol Scand*. 2013 May-Jul;71(3-4):444-8.
46. Liu Y, Mai S, Li N, Yiu CK, Mao J, Pashley DH, et al. Differences between top-down and bottom-up approaches in mineralizing thick, partially demineralized collagen scaffolds. *Acta Biomater*. 2011 Apr;7(4):1742-51.
47. Morejon-Alonso L, Ferreira OJ, Carrodegua RG, dos Santos LA. Bioactive composite bone cement based on alpha-tricalcium phosphate/tricalcium silicate. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2012 Jan;100(1):94-102.
48. Almeida Filho Ed, Assis CMD, Vercik LdO, Guastaldi AC. Biomateriais: deposição de hidroxiapatita sobre superfície de Ti-cp modificada por aspersão térmica. *Química Nova*. 2007;30:1129-232.