

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL
FACULDADE DE ODONTOLOGIA
LABORATÓRIO DE MATERIAIS DENTÁRIOS

PRISCILA VEIT BOHN

INFLUÊNCIA DA ADIÇÃO DE DIFERENTES PARTÍCULAS
DE CARGA EM UM CIMENTO ENDODÔNTICO
EXPERIMENTAL A BASE DE BisEMA.

Porto Alegre

2011

PRISCILA VEIT BOHN

INFLUÊNCIA DA ADIÇÃO DE DIFERENTES PARTÍCULAS DE CARGA EM
UM CIMENTO ENDODÔNTICO EXPERIMENTAL A BASE DE BisEMA.

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

2011

AGRADECIMENTOS

Aos meus pais, João e Laurelena, e ao meu irmão, Felipe, pelo amor incondicional, que se faz crescer a cada dia; pela educação e constante incentivo aos estudos; pelo estímulo, otimismo e credibilidade, que foram essenciais no alcance dos meus objetivos, juntamente com seu desejo de ver meu sucesso e felicidade; e seus princípios, que sempre foram minha inspiração e fizeram com que me tornasse a pessoa que sou.

Às minhas amigas e companheiras, Marcelinha, Nati, Aline, Ceci, Vivis, Gabi Golden, Anne, Camillinha e Lê, que fizeram a diferença do meu dia-dia nesses cinco anos, nos momentos de alegria, de conquista, de festa, de aprendizado, de estudos, de parceria, de novas experiências, de cansaço, de desespero e de muita cumplicidade.

Às minhas grandes amigas Titi, Andi, Gabi Müller e Iti, que mesmo às vezes estando longe, estão tão perto, me fazendo rir e chorar, me incentivando com seu carinho e dedicação, me divertindo com seu senso de humor e histórias, e assim, me tornando uma pessoa mais feliz e completa.

A todos os integrantes do LAMAD (Laboratório de Materiais Dentários da FO-UFRGS), por esses anos de convívio, por essa troca de experiência, por todo auxílio e aprendizado diferenciado.

Ao meu orientador, Fabrício Mezzomo Collares, por transmitir seus conhecimentos, auxiliando na minha vida acadêmica; por poder proporcionar tantas oportunidades na pesquisa e por todo auxílio para o desenvolvimento desse trabalho.

A todos que, de uma forma ou de outra, participaram e me apoiaram no decorrer dessa trajetória.

RESUMO

BOHN, Priscila Veit. **Influência da adição de diferentes partículas de carga em um cimento endodôntico experimental a base de BisEMA**. 25 f. 2011. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Odontologia) – Faculdade de Odontologia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2011.

O objetivo do presente estudo foi desenvolver cimentos endodônticos resinosos a base de bisfenol A glicidil dimetacrilato etoxilado com adição de diferentes radiopacificantes em diferentes concentrações e caracterizá-los quanto às propriedades relacionadas a um cimento endodôntico. Foram desenvolvidos cimentos endodônticos resinosos pasta/pasta experimentais a base de BisEMA e neles foi incorporado Canforoquinona, EDAB, DHEPT, BHT e Peróxido de Benzoila. Para formar os grupos experimentais, foram adicionados $WCaO_4$, YbF_3 ou Ta_2O_5 nas concentrações de 20, 40, 60, 80 e 100%. Após o desenvolvimento dos cimentos, foram realizados os ensaios laboratoriais para avaliar as seguintes propriedades: escoamento, espessura de filme e radiopacidade, conforme as orientações da ISO 6876, de 2001, sorção e solubilidade, de acordo com a ISO 4049, de 2009, pH, utilizando um pHmetro e grau de conversão, por meio de infravermelho por transformada de Fourier. No teste de escoamento, todos os grupos apresentaram menor escoamento quanto maior a quantidade de carga presente. No teste de espessura de filme, nenhum grupo ultrapassou os 50 μm , como recomendado pela ISO, exceto o grupo $WCaO_4$ 100%, que obteve 76,7 ($\pm 15,3$). O pH variou de 5,95 ($\pm 0,07$), do YbF_3 80%, a 6,90 ($\pm 0,07$), do Ta_2O_5 80%. No ensaio de radiopacidade, os grupos YbF_3 60%, Ta_2O_5 80% e Ta_2O_5 100% apresentaram valores estatisticamente semelhante a 3 mmAl. Os grupos Ta_2O_5 e YbF_3 nas concentrações de 40 e 60% apresentaram valores de sorção e solubilidade recomendados pela ISO 4049. Com adição de Ta_2O_5 e $WCaO_4$ diminuiu o grau de conversão em 14 dias. Sendo assim, o grupo YbF_3 60% obteve resultados promissores para utilização como um cimento endodôntico.

Palavras-chave: Cimentos dentários. Odontologia.

ABSTRACT

BOHN, Priscila Veit. **Influence of different fillers addition in an experimental BisEMA based root canal sealer.** 25 f. 2011. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Odontologia) – Faculdade de Odontologia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2011.

The aim of the study was to develop Bisphenol A ethoxylated dimethacrylate resin based root canal sealers adding different fillers in different concentrations and characterize them as endodontic sealers properties. The experimental BisEMA resin based endodontic sealers were produced using Camphoroquinone, EDAB, DHEPT, BHT and benzoyl peroxide. The experimental groups were formulated adding 20, 40, 60, 80 and 100% of $WCaO_4$, YbF_3 or Ta_2O_5 . After producing the sealers, flow, thickness and radiopacity tests were conducted in accordance with ISO 6876. Sorption and solubility tests were conducted in accordance with ISO 4049, pH was measure with a pHmeter and degree of conversion was evaluated with Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR). All groups showed lower flow with increased filler concentration. All groups showed film thickness values lower than 50 μm , as ISO recommends, except $WCaO_4$ 100% group (76,7). pH values varied from 5,95 ($\pm 0,07$), YbF_3 80% group, to 6,90 ($\pm 0,07$), Ta_2O_5 80% group. In the radiopacity test, YbF_3 60%, Ta_2O_5 80% and Ta_2O_5 100% groups showed no statistical significant difference to 3 mmAl. Ta_2O_5 and YbF_3 groups in 40 and 60% concentrations presented sorption and solubility values as ISO 4049 recommendation. Adding Ta_2O_5 and $WCaO_4$, the conversion degree decreased in 14 days. Therefore, YbF_3 60% group obtained promising results for using as a root canal sealer.

Keywords: Canals sealer. Dentistry.

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	6
2	MATERIAIS E MÉTODOS	8
2.1	DESENVOLVIMENTO DOS CIMENTOS EXPERIMENTAIS	8
2.2	ESCOAMENTO	9
2.3	ESPESSURA DE FILME	9
2.4	SORÇÃO E SOLUBILIDADE	10
2.5	pH	11
2.6	RADIOPACIDADE	11
2.7	GRAU DE CONVERSÃO	12
2.8	ANÁLISE DOS RESULTADOS	13
3	RESULTADOS	14
3.1	ESCOAMENTO	14
3.2	ESPESSURA DE FILME	14
3.3	SORÇÃO E SOLUBILIDADE	14
3.4	pH	16
3.5	RADIOPACIDADE	16
3.6	GRAU DE CONVERSÃO	16
4	DISCUSSÃO	18
	REFERÊNCIAS	22

1 INTRODUÇÃO

Os principais objetivos da terapia endodôntica são eliminar ou prevenir a infiltração de microorganismos e suas toxinas para dentro do sistema de canais radiculares e prevenir a infecção através de uma obturação hermética e de um selamento apical biológico (ORSTAVIK, 2003; SIQUEIRA; ROCAS, 2008; BAER; MAKI, 2010). A obturação do canal radicular é uma etapa essencial, a qual complementa o trabalho realizado nas etapas anteriores, e o material obturador escolhido é determinante para o sucesso do tratamento endodôntico (BODRUMLU; TUNGA, 2007). Devido a isso, houve um grande progresso nos materiais utilizados na técnica endodôntica, juntamente com avanço da tecnologia na Odontologia e com o desenvolvimento de novos materiais.

Segundo Schwartz (2006), o material obturador ideal deveria possuir as seguintes propriedades: facilidade de manipulação, passível de utilização nos diferentes métodos de obturação, estabilidade no ambiente oral, radiopaco, biocompatível, antimicrobiano, sem contração durante a polimerização, auto-adesivo, formar uma adesão estável na dentina que não degrade com o tempo, formar adesão que não seja afetada por agentes oxidantes como hipoclorito de sódio, aumente a resistência do dente, e que seja facilmente removido para um retratamento.

Portanto, sendo a radiopacidade uma das propriedades necessárias para materiais dentários intraorais, cimentos endodônticos devem ter radiopacidade suficiente para permitir uma clara distinção entre materiais e as estruturas anatômicas subjacentes (BEYER-OLSEN; ORSTAVIK, 1981; KATZ et al., 1990), para facilitar a avaliação da qualidade da obturação, a qual pode ser feita somente através do exame radiográfico (GOLDMAN et al., 1989; TASDEMIR et al., 2008; CARVALHO-JUNIOR et al., 2007). De acordo com a International Organization for Standardization (ISO) e a American National Standards/American Dental Association (ANSI/ADA), os materiais utilizados para obturação endodôntica devem apresentar uma radiopacidade não menor que o equivalente a 3 mm de alumínio.

Para conferir radiopacidade, aumentar a viscosidade e, ainda, melhorar propriedades mecânicas, cargas são incorporadas nos cimentos endodônticos resinas compostas e agentes de cimentação. Estudos têm mostrado a melhora de propriedades como o módulo de elasticidade, resistência a fratura, resistência à flexão e dureza com o aumento do volume de carga (CONDE et al., 2009; KIM et al., 2005; COLLARES et al, 2009; LOHBAUER, 2010; RAGOSTA, ABBATE, MUSTO, 2005).

Materiais poliméricos com base de metacrilato apresentam-se como boas matrizes para a incorporação de carga e, recentemente, esses materiais foram introduzidos na obturação dos canais radiculares. Entretanto, nenhum deles possui todas essas propriedades propostas por Schwartz, em 2006. Como uma alternativa para matriz de cimento resinoso para obturação de canais radiculares, o bisfenol A glicidil dimetacrilato etoxilado (Bis-EMA) poderia ser utilizado. O Bis-EMA é estruturalmente análogo ao Bis-GMA, possuindo os anéis benzênicos no centro da molécula, porém com a substituição da hidroxila, a qual é responsável pela afinidade com a água e a alta viscosidade do Bis-GMA, por um átomo de hidrogênio (FERRACANE, 2006; OGLIARI et al., 2008; SIDERIDOU; KARABELA, 2011). O Bis-EMA, portanto, poderia ter um molhamento e escoamento adequado para selar a superfície dentinária dos canais radiculares.

Sendo assim, a influência da adição de partículas de carga a esta matriz resinosa deve ser avaliada. O objetivo do presente estudo foi desenvolver cimentos endodônticos resinosos a base de BisEMA com adição de diferentes partículas de carga em diferentes concentrações e caracterizá-los quanto às propriedades relacionadas a um cimento endodôntico.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

O presente estudo foi um estudo experimental *in vitro*, realizado no Laboratório de Materiais Dentários (LAMAD) e aprovado pela Comissão de Pesquisa da Faculdade de Odontologia da UFRGS.

2.1 DESENVOLVIMENTO DOS CIMENTOS EXPERIMENTAIS

Foram desenvolvidos quinze cimentos endodônticos resinosos pasta/pasta experimentais com diferentes tipos de carga com diferentes concentrações, de acordo com a Tabela 1.

Para a formulação dos cimentos experimentais, foram utilizados Trifluoreto de Itérbio (YbF_3); Óxido de Tântalo (Ta_2O_5); Tungstato de Cálcio (WCaO_4); Canforoquinona; 4-dimetilaminobenzoato de etil (EDAB); di-hidroxietyl p-toluidina (DHEPT), butil hidroxitolueno (BHT) e Peróxido de Benzoila (ESSTECH INC, Essington, Pennsylvania, USA).

Tabela 1 - Composição dos Grupos de acordo com carga, resina e iniciadores.

Continua.

GRUPO	CARGA (%peso)	RESINA	INICIADORES
1	YbF_3 20%	BisEMA	CQ, EDAB, DHEPT, PB
2	YbF_3 40%	BisEMA	CQ, EDAB, DHEPT, PB
3	YbF_3 60%	BisEMA	CQ, EDAB, DHEPT, PB
4	YbF_3 80%	BisEMA	CQ, EDAB, DHEPT, PB
5	YbF_3 100%	BisEMA	CQ, EDAB, DHEPT, PB
6	Ta_2O_5 20%	BisEMA	CQ, EDAB, DHEPT, PB
7	Ta_2O_5 40%	BisEMA	CQ, EDAB, DHEPT, PB
8	Ta_2O_5 60%	BisEMA	CQ, EDAB, DHEPT, PB
9	Ta_2O_5 80%	BisEMA	CQ, EDAB, DHEPT, PB
10	Ta_2O_5 100%	BisEMA	CQ, EDAB, DHEPT, PB
11	WCaO_4 20%	BisEMA	CQ, EDAB, DHEPT, PB

Tabela 2 - Composição dos Grupos de acordo com carga, resina e iniciadores.

Continuação

GRUPO	CARGA (%peso)	RESINA	INICIADORES
12	WCaO ₄ 40%	BisEMA	CQ, EDAB, DHEPT, PB
13	WCaO ₄ 60%	BisEMA	CQ, EDAB, DHEPT, PB
14	WCaO ₄ 80%	BisEMA	CQ, EDAB, DHEPT, PB
15	WCaO ₄ 100%	BisEMA	CQ, EDAB, DHEPT, PB

Nota - YbF₃: Trifluoreto de Itérbio; **Ta₂O₅:** Óxido de Tântalo; **WCaO₄:** Tungstato de Cálcio; **CQ:** Canforoquinona; **EDAB:** 4-dimetilaminobenzoato de etil; **DHEPT:** di-hydroxietil p-toluidina; **PB:** Peróxido de Benzoila.

Como inibidor de polimerização, butil hidroxitolueno (BHT) foi utilizado em todos os grupos em uma concentração de 0,01% de peso.

Após a formulação dos cimentos, foram realizados os ensaios laboratoriais para avaliar suas propriedades relacionadas a um cimento endodôntico.

2.2 ESCOAMENTO

Para realização do ensaio de escoamento, de acordo com a ISO 6876:2001, os materiais foram manipulados e 0,05 ($\pm 0,005$) ml do cimento foi colocado no centro de uma placa de vidro de 40x40 mm, com aproximadamente 5mm de espessura, usando uma seringa graduada. Então colocou-se a segunda placa sobre a primeira e sobre essas uma carga de 100 g. Passados dez minutos do início da manipulação do cimento, a carga foi removida e mediu-se o diâmetro máximo e mínimo do disco de cimento. Se a diferença entre eles foi inferior a 1mm, foi registrada a média entre eles, se maior que 1mm, foi repetido o teste. O teste foi repetido três vezes e o valor do escoamento para cada cimento foi a média dos ensaios.

2.3 ESPESSURA DE FILME

Para a realização do ensaio de espessura de filme, de acordo com a ISO 6876:2001, primeiramente, a espessura de duas placas de vidro foi medida, os materiais foram manipulados e 0,05 ($\pm 0,005$) ml do cimento foi colocado no centro de uma placa de vidro de 40x40 mm, usando uma seringa graduada. Colocou-se, então, a segunda placa sobre a primeira e sobre essas um peso de 150 N. Depois de 10 minutos do início da mistura foi medida a espessura do conjunto placas-cimento, e, por subtração, foi obtida a espessura de filme do cimento obturador. O teste foi repetido três vezes e o valor da espessura de filme para cada cimento foi a média dos ensaios.

2.4 SORÇÃO E SOLUBILIDADE

Os ensaios de sorção e solubilidade foram realizados de acordo com a especificação 4049:2009 da ISO, com exceção das dimensões dos corpos de prova. Cinco corpos de prova com 6,0 mm ($\pm 0,5$ mm) de diâmetro por 1,0 mm ($\pm 0,2$ mm) para cada grupo ($n= 5$) foram confeccionados utilizando uma matriz de poliéster. A matriz foi colocada diretamente sobre uma lâmina de vidro e então preenchida com o material experimental em um incremento único. Sobre a matriz foi posicionada uma tira de poliéster coberta por uma lâmina de vidro. A lâmina de vidro foi removida e o material fotoativado, por 30 segundos de cada lado. Imediatamente após a polimerização, os corpos de prova foram acondicionados em uma estufa a $37^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$. Após uma semana, os corpos de prova foram removidos da matriz e então receberam acabamento com lixa de carbetto de silício de granulação 600 e 1200. Após o acabamento, os corpos de prova foram acondicionados a $37^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ em um dessecador com sílica gel, previamente desidratada por 5h, a 130°C e após as 24 horas foi realizada a primeira pesagem, em uma balança digital analítica (AUW220D, Shimadzu, Japão). O ciclo foi repetido até a obtenção de uma massa constante (m_1), ou seja, até que a alteração não fosse superior a 0,1 mg em 24h. O diâmetro e a espessura das amostras foram mensurados com um paquímetro digital, para o cálculo do volume, em mm^3 . Após a obtenção de m_1 e do volume, as amostras foram armazenadas

em água destilada a $37^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$, por 7 dias. Então os corpos de prova foram removidos, levemente secos e pesados, obtendo-se a massa do corpo hidratado (m_2). A seguir repetiu-se o processo para obtenção de m_1 , para então obter uma terceira medida (m_3). Os valores de sorção de água (WS) e solubilidade (SL) foram calculados para cada amostra usando as seguintes equações:

$$\text{WS} = \frac{m_2 - m_3}{V}$$

$$\text{SL} = \frac{m_1 - m_3}{V}$$

2.5 pH

Para determinar o pH dos cimentos, foi utilizado um pHmetro digital (pH21, Hanna Instruments, São Paulo, SP, Brasil), previamente calibrado. A solução empregada para medir o pH foi a solução resultante do ensaio de sorção e solubilidade em que cada corpo de prova havia sido armazenado por 7 dias, à 37°C . O eletrodo foi submergido 4cm da solução e uma sonda de temperatura foi utilizada, para que o valor do pH fosse automaticamente compensado com as variações da temperatura. O teste foi repetido três vezes e o valor do pH para cada cimento foi a média dos ensaios.

2.6 RADIOPACIDADE

Com a finalidade de avaliar a densidade radiográfica, de acordo com a ISO 6876:2001, foram confeccionados cinco corpos de prova para cada grupo ($n= 5$) com 6,0 mm ($\pm 0,5$ mm) de diâmetro por 1,0 mm ($\pm 0,2$ mm) de espessura, utilizando uma matriz de poliéster. A matriz foi colocada diretamente sobre uma lâmina de vidro e então preenchida com o material experimental em um incremento único. Sobre a matriz foi posicionada uma tira de poliéster coberta por uma lâmina de vidro. A lâmina de vidro foi removida e o material fotoativado, por 30 segundos de cada lado. Os exames radiográficos de todos os grupos foram realizados com o sistema digital com placas de fósforo VistaScan (Dürr Dental

GmbH & CO. KG, Bietigheim-Bissingen, Alemanha), em regime de 70 kVp, 8 mA, 0,6 segundos de exposição e distância focal de 400 mm. Sobre a placa foi posicionado um corpo de prova de cada grupo com radiopacificantes diferentes, mas da mesma concentração. Uma escala de alumínio foi posicionada juntamente com os corpos de prova em todas as tomadas radiográficas. A escala de alumínio utilizada era composta por no mínimo 98% de Alumínio e espessura variando de 0,5 mm até 10 mm. Foram realizadas vinte e cinco tomadas radiográficas.

As imagens resultantes foram transferidas para o computador utilizado o scanner do sistema VistaScan e armazenadas em disco no formato TIFF e analisadas no programa Photoshop CS (Adobe Systems Incorporated, San Jose, CA, EUA). Os valores médios e os desvios padrão dos níveis de cinza (em densidade de *pixels*) dos corpos de prova e da escala de alumínio foram obtidos em uma área padronizada por corpo de prova, previamente estabelecida de 2 mm².

2.7 GRAU DE CONVERSÃO

O grau de conversão dos materiais experimentais, juntamente com um grupo controle (sem adição de carga), foi avaliado usando espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) em um espectrômetro (Vertex 70, Bruker Optics, Alemanha) equipado com ATR (reflectância total atenuada) composto por um cristal de diamante, formando um ângulo de 45° com o espelho. 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 mm. O software OPUS 6.5 foi utilizado em modo de varredura monitorada, usando a apodização Blackman-Harris 3-term, em um espectro de 1750 e 1550 cm⁻¹, resolução de 8 cm⁻¹. Uma amostra (3 µL) por grupo foi diretamente dispensada no cristal de diamante e foram realizadas três leituras: antes da foto-ativação (monômero), após foto-ativação de 120 segundos (polímero imediato) e após 14 dias de armazenamento à 37°C (polímero em 14 dias). O teste foi repetido três vezes em cada grupo.

A porcentagem de ligações duplas carbono-carbono não reagidas (%C=C) foi determinada através do quociente das intensidades de absorbâncias entre as ligações duplas de carbono alifáticas (pico em 1640 cm^{-1}) e o padrão interno, antes e durante a fotopolimerização das amostras. A absorbância da ligação aromática carbono-carbono (pico em 1610 cm^{-1}) foi usada como padrão interno. O grau de conversão (GC) foi determinado por meio da subtração da %C=C, de 100%. Para a obtenção do grau de conversão foi utilizada a seguinte equação:

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

2.8 ANÁLISE DOS RESULTADOS

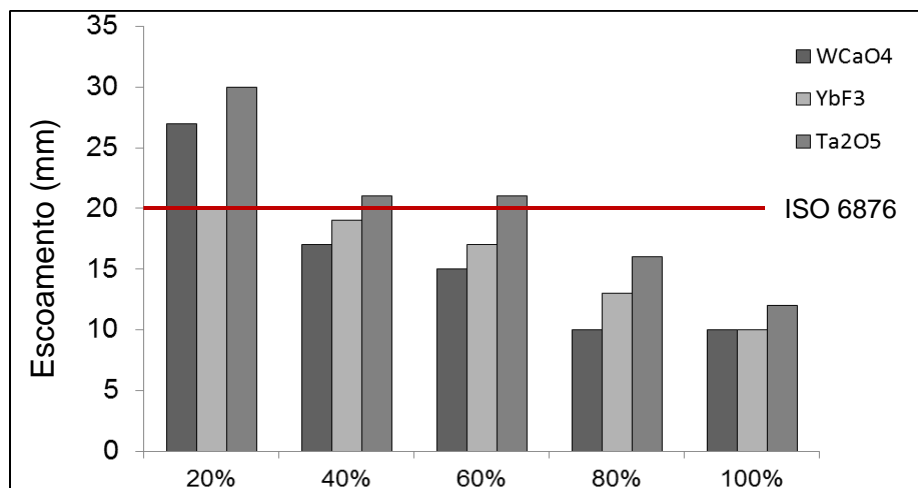
Os dados foram comparados com as normalizações da ISO 6876:2001 e ISO 4049:2009. Além disso, para o ensaio de radiopacidade foi realizada ANOVA de duas vias (concentração e tipo de carga) e teste de comparações múltiplas de Tukey. Para análise do GC, ANOVA de uma via foi utilizada e teste de comparações múltiplas de Tukey. Todas as análises estatísticas foram realizadas com um nível de significância de 5%.

3 RESULTADOS

3.1 ESCOAMENTO

No ensaio de escoamento, quanto maior a concentração de carga, menor foi o valor de escoamento (Figura 1), em mm. Os grupos com adição de Ta_2O_5 apresentaram um maior escoamento quando comparados aos grupos com YbF_3 e $WCaO_4$.

Figura 1 - Escoamento de Filme (mm) dos cimentos resinosos experimentais.



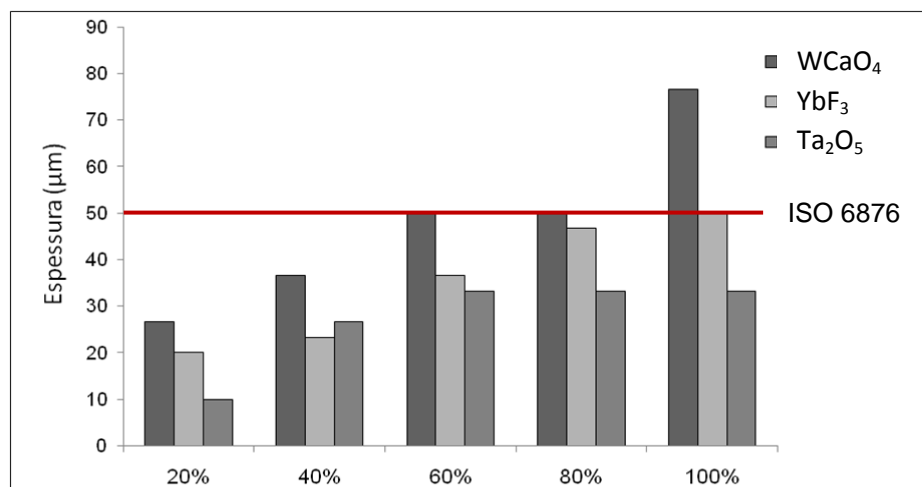
Fonte: do autor.

3.2 ESPESSURA DE FILME

Todos os grupos apresentaram espessura de filme igual ou inferior a $50 \mu m$ (Figura 2), com exceção do grupo $WCaO_4$ 100%.

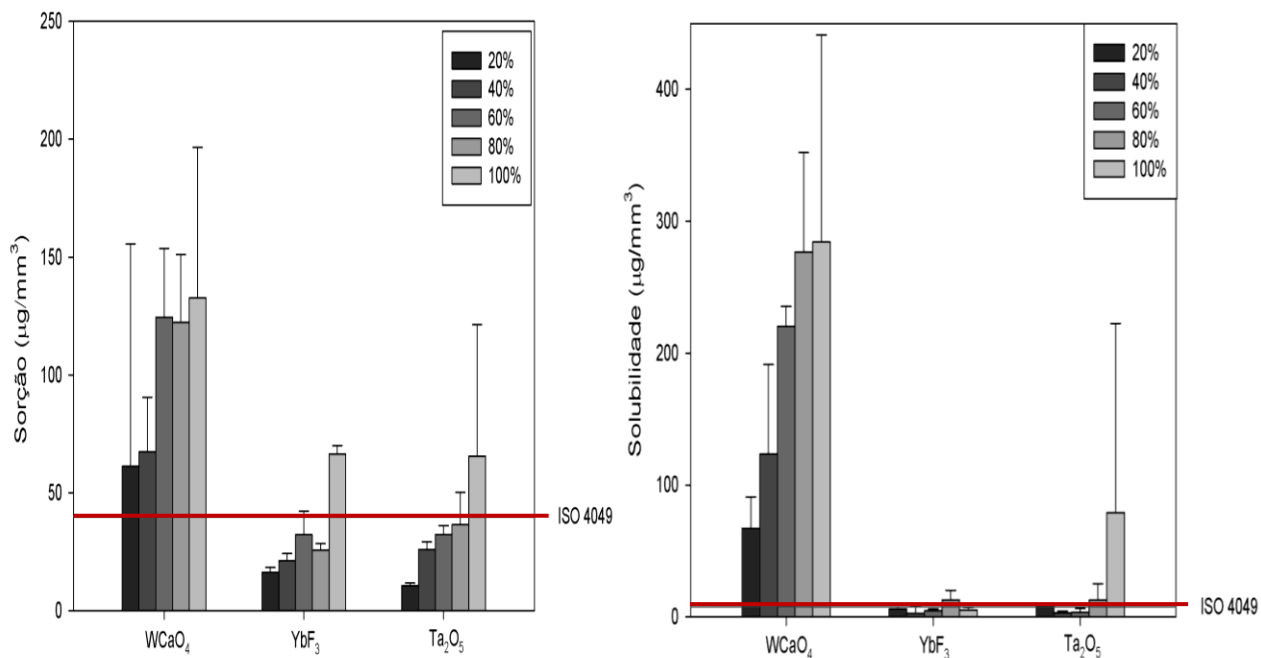
3.3 SORÇÃO E SOLUBILIDADE

Os grupos com adição de $WCaO_4$ mostraram os maiores valores de sorção e solubilidade (Figura 3). Os grupos com YbF_3 e Ta_2O_5 nas concentrações de 40 e 60% apresentaram valores de sorção e solubilidade preconizados pela ISO 4049.

Figura 2 - Espessura de filme (μm) dos cimentos resinosos experimentais.

Fonte: do autor.

Figura 3 - Sorção e Solubilidade dos cimentos resinosos experimentais.

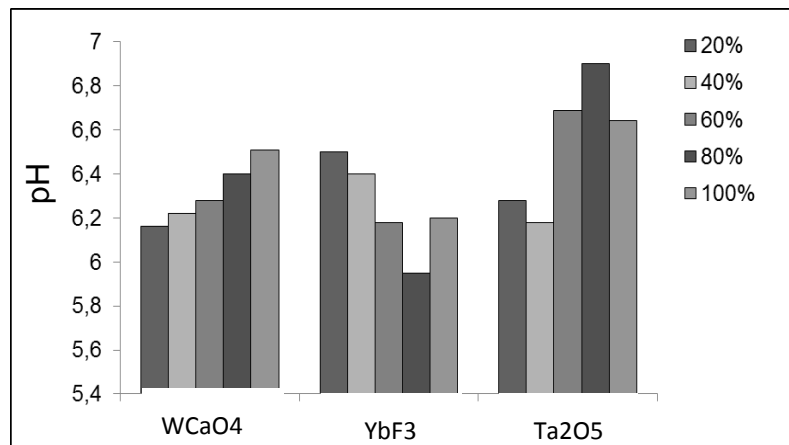


Fonte: do autor.

3.4 pH

Os valores de pH estão representados na Figura 4. O pH variou de 5,95, grupo YbF₃ 80%, à 6,9 do Ta₂O₅ 80%.

Figura 4 - pH dos cimentos resinosos experimentais.



Fonte: do autor.

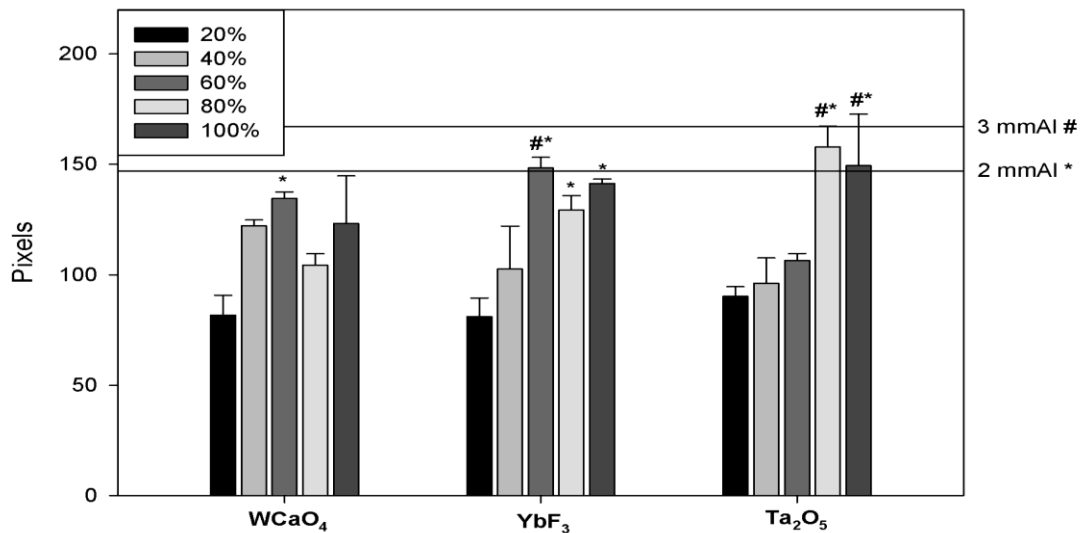
3.5 RADIOPACIDADE

Os resultados de radiopacidade (Figura 5) mostraram que quanto maior a adição de carga, mais radiopaco tornou-se o material. Os grupos Ta₂O₅80%, Ta₂O₅100% e YbF₃60% apresentaram valores estatisticamente semelhantes a 3mmAl.

3.6 GRAU DE CONVERSÃO

Após 14 dias, o grau de conversão variou de 18,71%, do grupo Ta₂O₅100%, à 74,12%, do YbF₃100%. Os grupos com YbF₃, independente da concentração adicionada, não demonstraram alteração no GC, enquanto os grupos contendo Ta₂O₅ e WCaO₄ obtiveram valores inferiores de GC quando comparados ao controle em 14 dias, (p<0,05).

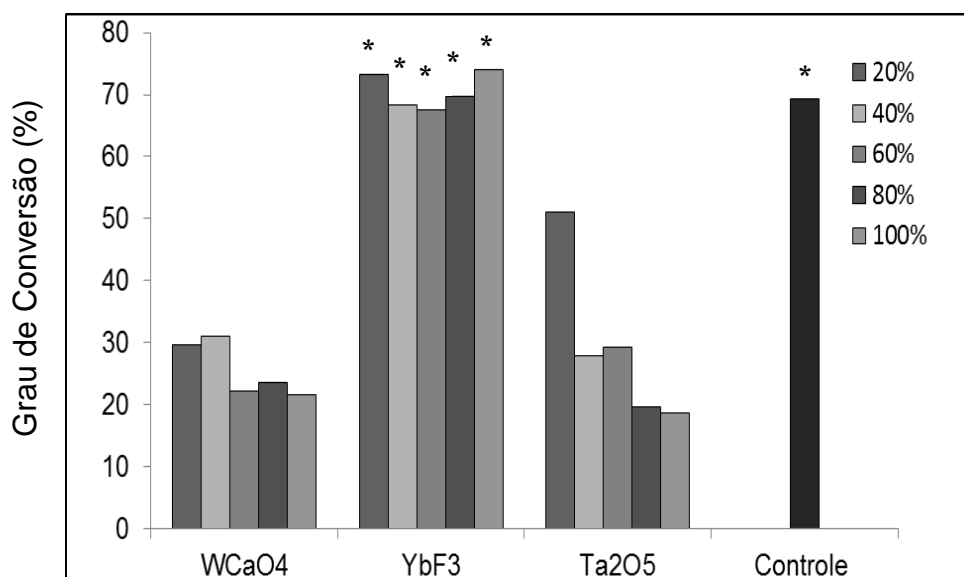
Figura 5 - Radiopacidade (pixels) dos cimentos resinosos experimentais.



Fonte: do autor.

Nota – Símbolos iguais indicam ausência de diferença estatística ($p > 0,05$).

Figura 6 - Grau de Conversão (%) dos cimentos resinosos experimentais.



Fonte: do autor.

Nota – Símbolos iguais indicam ausência de diferença estatística ($p > 0,05$).

4 DISCUSSÃO

Para a obtenção de uma obturação hermética do sistema de canais radiculares, um selamento completo e tridimensional é requerido, impedindo o ingresso de microorganismos ou de seus produtos, e assim, alcançando o objetivo do tratamento endodôntico (ORSTAVIK, 2003; SIQUEIRA; ROCAS, 2008; BABB et al., 2009; BAER; MAKI, 2010). Para isso, o desenvolvimento de um material adequado é necessário. A incorporação do BisEMA é uma alternativa para matriz resinosa desse material, portanto, a influência da adição de partículas de carga a esta matriz resinosa foi avaliada no presente estudo. A adição de diferentes concentrações de diferentes partículas de carga influenciou as propriedades relacionadas ao cimento endodôntico experimental formulado.

O escoamento é uma característica essencial para os materiais obturadores (CAICEDO, 1988), que deve ser suficiente para permitir que o material atinja toda a extensão do canal e suas reentrâncias, promovendo uma melhor adaptação do cimento (GAMBARINI et al., 2006), sem aumentar o risco de uma extrusão periapical, o que comprometeria a cicatrização periapical (SJÖGREN et al., 1990) e poderia levar a um processo inflamatório permanente (ÖRSTAVIK; MJÖR, 1988). No ensaio de escoamento, a ISO 6876 exige um valor mínimo de 20 mm. Como apresentado na Figura 1, os grupos que atingiram a exigência da ISO foram Ta_2O_5 nas concentrações de 20, 40 e 60%, YbF_3 nas concentrações de 20 e 40% e o $WcaO_4$ 20%. Tendo em vista que a ISO 6876 é indicada para cimentos a base de água, os grupos que não atingiram os 20 mm podem também possuir um escoamento adequado quando usados clinicamente, como é o caso do AH Plus e Epiphany. Quanto maior foi a adição de carga, menor foi o escoamento do material obturador, condizendo com Weisman (1970), que demonstrou haver uma relação entre a densidade do material e a taxa de escoamento.

A espessura de película é uma importante característica de um cimento endodôntico: quanto menor a espessura de película, maior a habilidade do material molhar toda a superfície e atingir os menores espaços vazios possíveis, promovendo assim um melhor selamento (GAMBARINI et al., 2006; DE DEUS et

al., 2003; GUTMANN, 1993). Conforme os resultados apresentados na Figura 2, todos os grupos obtiveram valores de espessura de película inferiores à 50 μm , como preconizado pela ISO 6876, com exceção do grupo WCaO_4 100%, possivelmente pelo fato dessa carga possuir um tamanho médio de partícula maior quando comparada às outras cargas (dados não publicados).

Os ensaios de sorção e solubilidade são importantes para verificar a estabilidade de qualquer material resinoso (HUANG et al., 2002; MORTIER et al., 2004). Para avaliá-los, utilizou-se a ISO 4049 para sorção e solubilidade de resinas compostas, sendo a maneira mais apropriada de analisar materiais resinosos a base de metacrilato (DONNELLY et al., 2007).

Com o surgimento de cimentos endodônticos resinosos à base de metacrilato, a sorção de água tornou-se uma preocupação. A infiltração de água na matriz resinosa pode causar a plastificação da rede polimérica formada, levando a degradação do polímero (MORTIER et al., 2004; COLLARES et al., 2011). Os grupos contendo WCaO_4 , em todas as concentrações, apresentaram valores altos de sorção de água, o que pode aumentar o efeito de plastificação do polímero, já que após a separação das ligações, os monômeros não reagidos na cadeia podem ser liberados através das porosidades e micro espaços, resultando na degradação do material e assim diminuindo as propriedades mecânicas do polímero (KALACHANDRA et al., 1993; BOGDAL; PIELICHOWSKI; BORON, 1997; COLLARES et al., 2011; SIDERIDOU; KARABELA, 2011).

Solubilidade é a habilidade que uma substância possui em se dissolver em outra (SEUX et al., 1991). A alta solubilidade de um cimento endodôntico não é preconizada, tendo em vista que pode haver a liberação de materiais que podem provocar irritação de tecidos periapicais (KAPLAN, 1997; McMICHEN et al., 2003). A dissolução do cimento pode também criar espaços entre o canal radicular e o material obturador, podendo causar um crescimento da infiltração de bactérias ao longo do tempo (CARVALHO-JUNIOR et al., 2003; McMICHEN et al., 2003; SCHÄFE; ZANDBIGLARI, 2003). Porém, a liberação de íons de cálcio tem mostrado um aumento do pH e como documentado por Hosoya et al. (2001), a alcalinidade do cimento endodôntico se tornaria importante, tendo em vista que

um alto pH alteraria as condições do tecido inflamatório na região apical, resultando em um efeito bactericida, e acelerando o processo de reparo (SEUX et al., 1991). Porém, Morgental et al. (2011) mostrou que a alcalinidade não foi suficiente para tornar o meio inaceitável para a sobrevivência de microorganismos. O pH de todos os grupos experimentais variou de 5,95 a 6,9, favorável à biocompatibilidade, tendo em vista que um material obturador que tornasse o meio ácido, poderia causar irritação aos tecidos periapicais. Sendo assim, a alta liberação do $WCaO_4$ provavelmente causaria uma degradação do material obturador pela perda do agente de carga e, conseqüentemente, maior sorção de água, levando à plastificação. Entretanto, uma análise posterior dos elementos que de fato estão sendo liberados deve ser realizada.

A radiopacidade é uma propriedade essencial para um material obturador, importante para que se possa observar o cimento endodôntico em uma radiografia, possibilitando detectar sua presença ou ausência (SCHWARTZ, 2006, BEYER-OLSEN; ORSTAVIK, 1981; KATZ et al., 1990; COLLARES et al., 2010). A ISO 6876 preconiza uma radiopacidade equivalente a no mínimo 3 mm de alumínio, porém ainda existem produtos comerciais disponíveis que não atingem esse valor, como mostrado por Tagger; Katz (2003). A radiopacidade de cimentos resinosos pode ser modificada pela incorporação de radiopacificantes (COLLARES et al., 2010), porém uma radiopacidade muito alta para um material obturador pode mascarar imperfeições da obturação, especialmente quando usado juntamente com guta-percha (GAMBARINI et al., 2006). Os grupos Ta_2O_5 80%, Ta_2O_5 100% e YbF_3 60% apresentaram valores preconizados pela ISO 6876 para cimento endodôntico. Collares et al. (2010) mostrou que o YbF_3 pode apresentar valores de radiopacidade satisfatórios, por possuir um alto número atômico ($z= 70$) e assim absorver e refletir mais raios x, resultando em uma imagem radiopaca. O YbF_3 já tem sido utilizado no desenvolvimento de resina composta e cimento de ionômero de vidro, e não para cimentos endodônticos. Os grupos contendo $WCaO_4$ obtiveram valores inferiores a 3 mm de alumínio, mesmo em altas concentrações, como já mostrado no estudo de Húngaro Duarte

et al. (2009), que avaliou radiograficamente a adição de diferentes radiopacificantes no cimento de Portland.

O grau de conversão (GC) é uma característica importante de um material resinoso e consiste na conversão das ligações duplas alifáticas de carbono do monômero em ligações simples de carbono do polímero (WU et al., 2010). Uma baixa conversão pode resultar na degradação do polímero (FERRACANE, 2006), comprometendo suas propriedades (CALHEIROS et al., 2008). O grau de conversão de materiais resinosos foto-ativados aumenta quanto maior o nível de energia irradiada. A geração inicial de radicais livres de monômeros dimetacrilato está diretamente relacionada com a radiação absorvida pelo material, como o cimento endodôntico foto-ativado. No presente estudo, os grupos com adição de YbF_3 apresentaram maior grau de conversão quando comparados aos grupos com adição de WCaO_4 e Ta_2O_5 . O grau de polimerização da resina é proporcional a raiz quadrada da intensidade de luz absorvida e a concentração de foto-iniciador, como mostrada por Watts, 2005. Portanto, um material mais opaco poderia ter menor absorção de luz gerando menor grau de conversão de monômero em polímero. Em uma análise visual dos cimentos endodônticos formulados, os cimentos com a adição de YbF_3 mostraram-se mais translúcidos que os cimentos com adição de WCaO_4 e Ta_2O_5 . O YbF_3 possui índice de refração (1,51) semelhante ao da matriz resinosa utilizada (1,7), o que não interferiu de forma significativa na absorção da luz, como pode ser observado pela não diferença de GC comparado ao grupo controle (sem adição de carga). Os grupos contendo Ta_2O_5 e WCaO_4 apresentaram GC inferior quando comparados ao grupo controle.

A adição de diferentes partículas de carga interferiram nas propriedades relacionadas ao cimento endodôntico experimental formulado no presente estudo. A adição de 60% de YbF_3 apresentou resultados favoráveis nos ensaios realizados, tornando-se promissor para utilização em um cimento endodôntico a base de BisEMA.

REFERÊNCIAS

- BABB, B. R. et al. Bonding of self-adhesive (self-etching) root canal sealers to radicular dentin. **J. Endod.**, New York, v. 35, no. 4, p. 578-582, Apr. 2009.
- BAER, J.; MAKI, J. S. In Vitro Evaluation of the Antimicrobial Effect of Three Endodontic Sealers Mixed with Amoxicillin. **J. Endod.**, New York, v. 36, no. 7, p. 1170-1173, July 2010.
- BEYER-OLSEN, E. M.; ORSTAVIK, D. Radiopacity of root canal sealers. **Oral Surg. Oral Med. Oral Pathol.**, St. Louis, v. 51, no. 3, p. 320–328, 1981.
- BODRUMLU, E.; TUNGA, U. Coronal Sealing Ability of a New Root Canal Filling Material. **J. Can. Dent. Assoc.**, Toronto, v. 73, no. 7, p. 1488-2159, Sept. 2007.
- BOGDAL, D.; PIELICHOWSKI, J.; BORON, A. Application of diol dimethacrylates in dental composites and their influence on polymerization shrinkage. **J. Appl. Polym. Sci.**, New York, v. 66, p. 2333–2337, 1997.
- CAICEDO, R.; VON FRAUHOFFER, J. A. The properties of endodontic sealer cements. **J. Endod.**, New York, v. 14, no. 11, p. 27–34, 1988.
- CALHEIROS, F. C. et al. Influence of irradiant energy on degree of conversion, polymerization rate and shrinkage stress in an experimental resin composite system. **Dent. Mater.**, Oxford, v. 24, no. 9, p. 1164-1168, Sep. 2008.
- CAMILLERI, J. Evaluation of the physical properties of an endodontic Portland cement incorporating alternative radiopacifiers used as root-end filling material. **Int. Endod. J.**, Oxford, v. 43, no. 3, p. 231–240, 2010.
- CARVALHO-JUNIOR, J. R. et al. Evaluation of solubility, disintegration, and dimensional alterations of a glass ionomer root canal sealer. **Braz. Dent. J.**, Ribeirão Preto, v. 14, no. 2, p. 114–118, 2003.
- CARVALHO-JUNIOR, J. R. et al. Radiopacity of root filling materials using digital radiography. **Int. Endod. J.**, Oxford, v. 40, no.7, p. 514-520, 2007.
- COLLARES, F. M. et al. Influence of the composition of an experimental adhesive on conversion kinetics, flexural strength and radiodensity. **Rev. Odonto Ciênc.**, Porto Alegre, v. 24, n. 4, 2009.
- COLLARES, F. M. et al. Ytterbium trifluoride as a radiopaque agent for dental cements. **Int. Endod. J.**, Oxford, v. 43, no. 9, p. 792-797, Sep. 2010.

- COLLARES, F. M. et al. Influence of 2-hydroxyethyl methacrylate concentration on polymer network of adhesive resin. **J. Adhes. Dent.**, New Malden, v. 13, no. 2, p. 125-129, Apr. 2011.
- CONDE, M. C. et al. Nanofiller loading level: influence on selected properties of an adhesive resin. **J. Dent.**, v. 37, no. 5, p. 331–335, 2009.
- DE DEUS, G. A. et al. Analysis of the film thickness of a root canal sealer following three obturation techniques. **Pesqui. Odontol. Bras.**, São Paulo, v. 17, n. 2, p. 119-125, out. 2003.
- DONNELLY, A. et al. Water sorption and solubility of methacrylate resin-based root canal sealers. **J. Endod.**, New York, v. 33, no. 8, p. 990-994, Aug. 2007.
- FERRACANE, J. L. Hygroscopic and hydrolytic effects in dental polymer networks. **Dent. Mater.**, Oxford, v. 22, no. 3, p. 211-222, Mar. 2006.
- GAMBARINI, G. et al. Radiographic and rheological properties of a new endodontic sealer. **Aust. Endod. J.**, Melbourne, v. 32, no. 1, p. 31-34, Apr. 2006.
- GOLDMAN, M.; SIMMONDS, S.; RUSH, R. The usefulness of dye-penetration studies reexamined. **Oral Surg. Oral Med. Oral Pathol.**, St. Louis, v. 67, no. 3, p. 327-332, Mar. 1989.
- GUTMANN, J. L. Adaptation of injected thermoplasticized gutta-percha in the absence of the dentinal smear layer. **Int. Endod. J.**, Oxford, v. 26, no. 2, p. 87-92, Mar. 1993.
- HOSOYA, N. et al. Calcium concentration and pH of the periapical environment after applying calcium hydroxide into root canals in vitro. **J. Endod.**, New York, v. 27, no. 5, p. 343-346, May 2001.
- HUANG, C. et al. The influence of hygroscopic expansion of resin-based restorative materials on artificial gap reduction. **J. Adhes. Dent.**, New Malden, v. 4, no. 1, p. 61–71, 2002.
- HÚNGARO DUARTE M.A. et al. Radiopacity of portland cement associated with different radiopacifying agents. **J. Endod.**, New York, v. 35, no. 5, p. 737-740, May 2009.
- INTERNATIONAL STANDARDS ORGANIZATION. ISO 6876. **Dental Root Canal Sealing Materials**, 2nd ed. Geneva, Switzerland, 2001.
- INTERNATIONAL STANDARDS ORGANIZATIONS. ISO 4049. **In: Dentistry: Polymerbased restorative materials**. 4th ed. Geneva, Switzerland, 2009.

KALACHANDRA, S. et al. Polymeric materials for composite matrices in biological environments. **Poly.**, v. 34, no. 4, p. 778–782, 1993.

KAPLAN, A. E. Disintegration of endodontic cements in water. **J. Endod.**, New York, v. 23, no. 7, p. 439–441, 1997.

KATZ, A. et al. Densitometric measurement of radiopacity of Gutta-percha cones and root dentin. **J. Endod.**, New York, v. 16, no. 5, p. 211–213, 1990.

KIM, J. S. et al. Effect of the hydrophilic nanofiller loading on the mechanical properties and the microtensile bond strength of an ethanol-based one-bottle dentin adhesive. **J. Biomed. Mater. Res. B. Appl. Biomater.**, Hoboken, v. 72, no. 2, p. 284–291, 2005.

LOHBAUER, U. et al. Zirconia nanoparticles prepared by laser vaporization as fillers for dental adhesives. **Acta. Biomater.**, Kidlington, v. 6, no. 12, p. 4539-4546, Aug. 2010.

McMICHEN, F.R. et al. A comparative study of selected physical properties of five root-canal sealers. **Int. Endod. J.**, Oxford, v. 36, no. 9, p. 629 –635, 2003.

MORGENTAL, R. D. et al. Antibacterial activity of two MTA-based root canal sealers. **Int. Endod. J.**, Oxford, v. 44, no. 12, p. 1128-1133, Dec. 2011.

MORTIER, E. et al. Importance of water sorption and solubility studies for couple bonding agent - resin-based filling material. **Oper. Dent.**, Seattle, v. 29, no. 6, p. 669 –676, 2004.

OGLIARI, F. A. et al. Influence of chain extender length of aromatic dimethacrylates on polymer network development. **Dent. Mater.**, Oxford, v. 24, no. 2, p. 165-171, Feb. 2008.

ORSTAVIK D. Root canal disinfection: a review of concepts and recent developments. **Aust. Endod. J.**, Melbourne, v. 29, no. 2, p. 70–74, 2003.

ORSTAVIK, D.; MJÖR, I. A. Histopathology and x-ray microanalysis of the subcutaneous tissue response to endodontic sealers. **J. Endod.**, New York, v. 14, no. 1, p. 13-23, Jan. 1988.

RAGOSTA, G.; ABBATE, M.; MUSTO, P. Epoxy-silica particulate nanocomposites: chemical interactions, reinforcement and fracture toughness. **Poly.**, v. 46, p. 10506–10516, 2005.

SCHÄFE, R. E.; ZANDBIGLARI, T. Solubility of root-canal sealers in water and artificial saliva. **Int. Endod. J.**, Oxford, v. 36, no. 10, p. 660 –669, 2003.

SCHWARTZ, R. S. Adhesive Dentistry and Endodontics. Part 2: Bonding in the Root Canal System—The Promise and the Problems: A Review. **J. Endod.**, New York, v. 32, no. 12, p. 1125- 1134, Dec. 2006.

SEUX, D. et al. Odontoblast-like cytodifferentiation of human dental pulp cells in vitro in the presence of a calcium hydroxide-containing cement. **Arch. Oral Biol.**, Oxford, v. 36, no. 2, p. 117-128, 1991.

SIDERIDOU, I. D.; KARABELA, M. M. Sorption of water, ethanol or ethanol/water solutions by light-cured dental dimethacrylate resins. **Dent. Mater.**, Oxford, v. 27, no. 10, p. 1003-1010, Oct. 2011.

SIQUEIRA, J. F. JR; ROCAS, I. N. Clinical implications and microbiology of bacterial persistence after treatment procedures. **J. Endod.**, New York, v. 34, no. 11, p. 1291-1330, 2008.

SJÖGREN, U. et al. Factors affecting the long-term results of endodontic treatment. **J. Endod.**, New York, v. 16, no. 10, p. 498–504, 1990.

TAŞDEMİR, T. et al. Evaluation of the Radiopacity of New Root Canal Paste/Sealers by Digital Radiography. **J. Endod.**, New York, v. 34, no. 11, p. 1388-1390, 2008.

TAGGER, M.; KATZ, A. Radiopacity of endodontic sealers: development of a new method for direct measurement. **J. Endod.**, New York, v. 29, no. 11, p. 751–754, 2003.

WEISMAN, M. I. A study of the flow rate of ten root canal sealers. **Oral Surg. Oral Med. Oral Pathol.**, St. Louis, v. 29, no. 2, p. 255-261, Feb. 1970.

WU, W. C. et al. Degree of conversion of a methacrylate based endodontic sealer: a micro Raman spectroscopic study. **J. Endod.**, New York, v. 36, no. 2, p. 329-333, Feb. 2010.