



UNIVERSIDADE ESTADUAL DA PARAÍBA
CAMPUS CAMPINA GRANDE
CENTRO DE CIÊNCIAS BIOLÓGICAS E DA SAÚDE
CURSO DE ODONTOLOGIA

ELISA DINIZ DE LIMA

**ANÁLISE DO TEMPO DE ENDURECIMENTO E DA SOLUBILIDADE E
DESINTEGRAÇÃO DO CIMENTO MTA FILLAPEX® ASSOCIADO OU NÃO
À QUITOSANA**

CAMPINA GRANDE

2016

ELISA DINIZ DE LIMA

**ANÁLISE DO TEMPO DE ENDURECIMENTO E DA SOLUBILIDADE E
DESINTEGRAÇÃO DO CIMENTO MTA FILLAPEX® ASSOCIADO OU NÃO
À QUITOSANA**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao curso de Odontologia da Universidade Estadual da Paraíba como pré-requisito para obtenção do título de Cirurgiã-Dentista.

Orientadora: Prof. Dr^a Katia Simone Alves dos Santos.

CAMPINA GRANDE

2016

É expressamente proibida a comercialização deste documento, tanto na forma impressa como eletrônica. Sua reprodução total ou parcial é permitida exclusivamente para fins acadêmicos e científicos, desde que na reprodução figure a identificação do autor, título, instituição e ano da dissertação.

L732a Lima, Elisa Diniz de.

Análise do tempo de endurecimento e da solubilidade e desintegração do cimento MTA Fillapex® associado ou não à quitosana [manuscrito] / Elisa Diniz de Lima. - 2016.
30 p. : il. color.

Digitado.

Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Odontologia)
- Universidade Estadual da Paraíba, Centro de Ciências Biológicas e da Saúde, 2016.

"Orientação: Profa. Dra. Katia Simone Alves dos Santos,
Departamento de Odontologia".

1. Endodontia. 2. Cimentos dentários. 3. Cimentos de resina. 4. Quitosana. I. Título.

21. ed. CDD 617.675

ELISA DINIZ DE LIMA

ANÁLISE DO TEMPO DE ENDURECIMENTO E DA SOLUBILIDADE E
DESINTEGRAÇÃO DO CIMENTO MTA FILLAPEX® ASSOCIADO OU NÃO A
QUITOSANA

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado
ao curso de Odontologia da Universidade
Estadual da Paraíba como pré-requisito para
obtenção do título de cirurgiã-dentista.

Orientadora: Prof. Drª Katia Simone Alves dos
Santos

Aprovada em: 01/08/16

BANCA EXAMINADORA

Katia Simone Alves dos Santos

Prof. Drª Katia Simone Alves dos Santos (Orientadora)

Universidade Estadual da Paraíba (UEPB)

Lorena Mendes Temóteo Brandt

Prof. Me Lorena Mendes Temóteo Brandt

Universidade Estadual da Paraíba (UEPB)

Ana Isabella Arruda Meira Ribeiro

Prof. Drª Ana Isabella Arruda Meira Ribeiro

Universidade Estadual da Paraíba (UEPB)

Aos meus pais, Elias e Gilvania, por todo amor,
companheirismo, dedicação e empenho, DEDICO.

AGRADECIMENTOS

Não andeis ansiosos por coisa alguma; pelo contrário, sejam os vossos pedidos plenamente conhecidos diante de Deus por meio de oração e súplica com ações de graças (Fp 4.6).

Lembro-me como se fosse hoje o dia em que vi meu nome na lista dos aprovados no vestibular da Universidade Estadual da Paraíba (UEPB). Foi uma mistura de sentimentos. De um lado, uma felicidade que não cabia dentro de mim por ter sido aprovada e de outro, uma angústia, pois teria que morar em uma cidade maior, distante e onde não conhecia ninguém. Em um primeiro momento, não queria vir morar em Campina Grande, mas Deus usou meus pais e eles me convenceram a vir e viver essa experiência. Hoje, posso afirmar que foi uma das melhores coisas que aconteceram na minha vida, tantas coisas aconteceram e eu cresci pessoal e profissionalmente.

Em primeiro lugar, agradeço ao meu bom Deus por ter planejado cada passo da minha vida com tamanho cuidado e carinho, sempre colocando pessoas maravilhosas no meu caminho, sempre me protegendo do mal que me rodeia, sempre me dando forças, perseverança, discernimento e aumentando a minha fé para enfrentar situações complicadas que apareceram na minha trajetória e me fizeram crescer, deixando de ser uma adolescente para ser uma pessoa adulta.

Aos meus pais, Gilvania e Elias e aos meus irmãos Elias Júnior e Hellem, por lutarem junto comigo para conseguir chegar até aqui, por terem se esforçado o máximo que puderam para me sustentar em Campina Grande, por sempre me apoiarem nas decisões mais difíceis que tive que tomar, por me educarem para seguir o caminho dos estudos, por tamanho carinho que recebi nas inúmeras vezes que chorei, por serem meus exemplos de vida.

Aos meus demais familiares, em especial às minhas tias Ceíça, Gênia, Gilvanete, à minha tia e madrinha Socorro, aos meus tios Gilberto, Gilvanildo, Genilson e Francisco, a minha avó Socorro, a minha avó Elisa (*In memoriam*) e ao meu avô Genário (*In memoriam*), por sempre terem torcido pela minha vitória e pelo apoio e carinho de sempre.

Ao meu namorado Daniel Leite que chegou na minha vida para trazer felicidade, apoiando-me nos momentos difíceis que passei, dividindo comigo as suas alegrias e por ser sempre presente na minha vida.

Às minhas amigas do Grupo Terroristas (Carol, Tamires, Vitória, Cleice, Jussara, Luana, Giderlania e Silmara) que foram fundamentais na minha trajetória, pelo apoio mútuo, pelos momentos de alegria e tristeza divididos, pela saudade de casa compartilhada, pelos objetivos em comum, pelos momentos de descontração, pelas confraternizações mais animadas e pelos melhores conselhos recebidos.

Às minhas amigas Tamires Simões e Carolina Magna por sempre estarem presentes na minha vida, por serem um presente de Deus para mim, por terem sempre cuidado e se preocupado comigo, por me ajudarem a ser uma pessoa mais segura, pelos melhores conselhos e pelos momentos que vivemos juntas.

À minha amiga Giderlania Brito, companheira de estágios desde o início do curso e de objetivos em comum, pelos conselhos recebidos, pelas inúmeras vezes que me acompanhou nos laboratórios no fim de tarde e início da manhã para que eu pudesse realizar minha pesquisa, pelas muitas aventuras que vivemos juntas.

À minha grande amiga Marília Reul, minha primeira amiga na UEPB, por sempre se fazer presente na minha vida me dando forças e conselhos para seguir em frente diante das dificuldades, pelas melhores dicas na elaboração dos painéis e artigos científicos, pelos nossos objetivos em comum e pelos momentos vividos juntos.

À minha amiga Jussara, companheira na monitoria de prótese, pelo apoio mútuo, pelo cansaço dividido nas manhãs e tardes de quinta-feira, pelos conhecimentos compartilhados, pelas noites mais engraçadas escrevendo os artigos científicos.

Ao meu amigo e dupla de clínica Iroildo Filho, por ter crescido junto comigo, pelo apoio mútuo durante os atendimentos, pelo apoio e incentivo nos momentos de tensão durante as cirurgias, pelos conhecimentos compartilhados e pelas experiências que vivemos juntos.

À minha amiga e companheira de pesquisa Waleska Ohana, pelas responsabilidades divididas, pelos trabalhos feitos juntas, por ser uma companheira de pesquisa sensacional.

Aos meus colegas de turma, por dividirem comigo a amor pela Odontologia e o desejo de ver uma odontologia mais valorizada e mais humana, pelos momentos vividos juntos, pelo crescimento em conjunto.

Ao meu amigo Christopher de França Leite, pela ajuda imensa recebida nos trabalhos de prótese e na confecção do material necessário para a realização da pesquisa e pelo incentivo de sempre.

À minha professora e primeira orientadora Renata Rocha, por ter despertado em mim desde o segundo período do curso, a vocação pela docência e por ter me ensinado muito do que sei sobre a pesquisa científica com ética e responsabilidade.

À minha professora, orientadora e amiga Katia Santos, por ser minha inspiração na endodontia, por ter aceitado me orientar com muito carinho e dedicação nesses mais de dois anos, por ser um exemplo de professora dedicada, que ama o que faz, pelos conselhos recebidos e por sempre torcer pelo meu sucesso.

À professora Lorena Mendes, por ser minha outra inspiração na endodontia, pela paciência de sempre em me ajudar no aprofundamento em endodontia, uma das melhores disciplinas que estudei durante o curso.

À professora Daliana Queiroga, por ser um exemplo de professora humana, dedicada e que ama o que faz e que servirá de exemplo para mim, pelas inúmeras experiências vividas durante o tempo que participei do projeto de extensão LINCCO.

Ao professor José Renato, pela oportunidade na monitoria de prótese, pelo conhecimento compartilhado e pela torcida e carinho de sempre.

Aos demais professores da Universidade Estadual da Paraíba, Campus I, por sempre serem dedicados, comprometidos, incentivadores e torcerem pelo sucesso de seus alunos.

A todos os funcionários da Universidade Estadual da Paraíba, Campus I, por fazerem a universidade funcionar em harmonia.

Ao professor Marcus Vinícius Lia Fook, por ter permitido a realização de parte da pesquisa no CERTBIO (UFCG).

Ao professor Bartolomeu Jorge (*In memoriam*), por ter sido tão solícito, atencioso e comprometido em ajudar em tudo que foi possível na realização da pesquisa no CERTBIO (UFCG).

A Lidiane Correia – CERTBIO (UEPB), por ser sempre solícita e atenciosa comigo, pelas inúmeras vezes em diversos horários que foi abrir o laboratório para que eu pudesse realizar a pesquisa.

A todos os pacientes que atendi durante esses anos, por terem confiado em mim e depositarem toda a sua confiança, por serem assíduos e pontuais.

À Universidade Estadual Paraíba e ao CNPq pelo apoio financeiro.

À minha querida Campina Grande, por ter me acolhido tão bem e fez com que eu me apaixonasse por viver aqui.

Aos demais, que direta ou indiretamente contribuíram para que eu alcançasse essa vitória.

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	9
2	METODOLOGIA	12
2.1	Localização e desenho do estudo	12
2.2	Produção da quitosana.....	12
2.3	Caracterização do cimento	13
2.4	Realização dos testes	14
2.4.1	<i>Tempo de endurecimento.....</i>	14
2.4.2	<i>Solubilidade e desintegração</i>	16
2.5	Análise dos dados.....	20
3	RESULTADOS.....	20
4	DISCUSSÃO	24
5	CONCLUSÃO	27
	REFERÊNCIAS	28

ANÁLISE DO TEMPO DE ENDURECIMENTO E DA SOLUBILIDADE E DESINTEGRAÇÃO DO CIMENTO MTA FILLAPEX® ASSOCIADO OU NÃO A QUITOSANA

Elisa Diniz de Lima*

RESUMO

O objetivo deste trabalho foi analisar o tempo de endurecimento e a solubilidade/desintegração do cimento MTA Fillapex® associado ou não a quitosana. Utilizou-se a solução de quitosana produzida de acordo com os parâmetros do laboratório CERTBIO/UFCG, sendo a mesma oriunda do exoesqueleto de camarão. O tempo de endurecimento foi realizado em triplicata por grupo, sendo o tempo decorrido entre o início da espatulação até o momento que a agulha de Gillmore não marcasse a sua superfície. Para determinar a solubilidade, matrizes de teflon foram preenchidas com o cimento e na massa deste foi colocado um fio de nylon. Os corpos de prova ficaram entre duas placas de vidro envoltas por papel celofane, pressionadas manualmente e posteriormente mantidas comprimidas com peso (placa de vidro com 1,5 cm de espessura, 7 cm de largura e 14cm de comprimento) e mantidas em estufa por três vezes o tempo de endurecimento. Depois, estes foram pesados e suspensos em recipiente contendo água destilada por sete dias. Logo após, foram lavados e secos com papel absorvente e pesados para determinação da perda de massa e consequente solubilidade. A média do tempo de endurecimento e da solubilidade e desintegração do MTA Fillapex® foram, respectivamente, de 10185 min. e 6,556% e do MTA Fillapex® associado a quitosana foi de 125 min. e 2,42%. A associação da quitosana diminuiu o tempo de endurecimento e a solubilidade e desintegração do MTA Fillapex®.

Palavras-chave: Endodontia. Cimentos dentários. Cimentos Resinosos. Quitosana.

1 INTRODUÇÃO

A obturação do sistema de canais radiculares (SCR) é a etapa final do tratamento endodôntico e consiste no preenchimento de todo o canal radicular com um material inerte e antisséptico, obtendo o selamento tridimensional e compacto, o mais hermético possível do espaço outrora ocupado pela polpa dentária e, caso possível, estimular o processo de reparo apical e periapical após o tratamento endodôntico radical (LEONARDO; LEAL, 1991; GIL et al., 2009., MARTINS et al., 2011).

* Aluna de graduação em Odontologia da Universidade Estadual da Paraíba-Campus I.
E-mail: elisadinizdelima@gmail.com

De acordo com Goldberg (1982), Mayid e Doky (2010) devem ser utilizados dois tipos de materiais na obturação endodôntica, os materiais levados ao canal radicular em estado sólido e os materiais em estado plástico.

Dentre os materiais levados ao canal radicular em estado sólido, o mais utilizado é a guta-percha por apresentar as seguintes vantagens: boa adaptação às paredes dos canais radiculares; possibilidade de amolecimento e plastificação por meio de calor ou solventes; boa tolerância tecidual; radiopacidade adequada; estabilidade físico-química e facilidade de remoção, quando necessário. Como desvantagens, podem ser citadas a falta de rigidez para ser utilizada em condutos estreitos e a falta de adesividade, motivo pelo qual ela é introduzida nos canais radiculares com um material plástico (PÉCORA; SOUSA NETO, 2004).

No que concerne aos materiais levados ao canal radicular em estado plástico, pode-se citar as pastas antissépticas, as alcalinas e os mais comumente utilizados, os cimentos endodônticos (PÉCORA; SOUSA NETO, 2004).

Existem no mercado de produtos odontológicos uma gama de cimentos endodônticos de diversos fabricantes, com diferentes indicações e composições químicas. Lopes e Siqueira Jr. (2004) afirmaram que para um cimento endodôntico ser considerado ideal é necessário possuir propriedades satisfatórias como a fácil inserção e remoção do canal radicular; apresentar bom tempo de trabalho; promover o selamento tridimensional do SCR; ter estabilidade dimensional nas condições de uso, bom escoamento, força coesiva, boa adesividade às paredes dos canais, atividade antimicrobiana; ser radiopaco, insolúvel nos fluidos teciduais e na saliva, solúvel ou reabsorvível nos tecidos perirradiculares, impermeável no canal, biocompatível; não manchar a estrutura dentária; Com base nessas propriedades, pesquisas são realizadas em busca do cimento obturador ideal.

Chan Hwang (2014) afirmou que o Agregado Trióxido Mineral (MTA) tem sido bastante utilizado no tratamento endodôntico como um material de proteção pulpar direta, casos de perfuração e como cimento obturador. Embora o MTA tenha muitas propriedades favoráveis, o longo tempo de presa é uma desvantagem clínica. Além disso, a alta solubilidade desse material também foi relatada como uma desvantagem clínica (FARIA-JUNIOR et al., 2013).

O MTA Fillapex® (ANGELUS, Londrina-PR, BRASIL), lançado pela empresa ANGELUS em 2010, é um cimento endodôntico à base do MTA, apresenta-se em forma de pasta-pasta e é indicado para obturação endodôntica. É composto por resinas, sílica

nanoparticulada, MTA, óxido de bismuto e pigmentos. Segundo o fabricante, ele proporciona perfeito selamento devido à sua expansão de presa, integridade do selamento por apresentar baixa solubilidade e alta regeneração biológica porque ocorre a liberação de íons Cálcio e possui propriedade antibacteriana.

Na busca por biomateriais que possuam propriedades satisfatórias para a odontologia e possam potencializar as propriedades dos cimentos endodônticos existentes, surge a Quitosana, um polissacarídeo que ocorre naturalmente em alguns fungos, mas, geralmente, é produzida através da desacetilação da quitina, polissacarídeo muito abundante na natureza, perdendo apenas para celulose em disponibilidade (GOY, 2004).

A quitosana é descrita como um copolímero de 2-amino-2-desoxi-D-glicopiranoose, com composição variável em função do grau residual de acetilação, cujas unidades estão unidas por ligações beta (1->4). O termo “Quitosana” designa em torno de 60% de unidades desacetiladas, enquanto quitina corresponde a produtos muito mais acetilados. Logo, quitina e quitosana possuem graus de solubilidades diferentes devido a diferença na quantidade de unidades desacetiladas, sendo a quitina insolúvel na maioria dos solventes e a quitosana é solúvel em soluções aquosas de ácidos orgânicos e inorgânicos (GOY, 2004).

A solubilidade da quitosana é normalmente investigada dissolvendo-se o ácido acético em 1% ou 0,1M, neste caso, através da produção da solução de quitosana. É sabido que a solubilidade é um parâmetro difícil de ser controlado e está ligada diretamente a desacetilação, a concentração iônica, pH, natureza do ácido usado para a protonação e a distribuição dos grupos acetil ao longo da cadeia, bem como, das condições de extração e secagem do polissacarídeo (RINAUDO, 2006).

Ela é dotada de propriedades como a biocompatibilidade, biodegradabilidade, bioadesão, atoxicidade, antioxidante e antimicrobiana. Sua abundância nos custos de natureza e baixa produção a tornou ecologicamente interessante para variadas aplicações nas áreas de medicina e produtos farmacêuticos. Em odontologia, tem sido utilizada na terapia periodontal, associada às medicações intracanaís e aos cimentos endodônticos. Além disso, tem alta capacidade quelante para diferentes íons metálicos em condições ácidas (TAVARIA et al., 2013; VINEETA, GUPTA; CHANDRA, 2014; SHAIK et al., 2014).

Nesse contexto, é de suma importância a realização de pesquisas que busquem melhorar ou produzir novos materiais para serem utilizados na terapêutica endodôntica. Sendo assim, este trabalho teve por objetivo analisar o tempo de endurecimento e a solubilidade e desintegração do cimento MTA Fillapex® associado ou não à quitosana, partindo do

pressuposto de que a quitosana diminuiria o alto tempo de endurecimento e a alta solubilidade relatados deste cimento.

2 METODOLOGIA

2.1 Localização e desenho do estudo

Este estudo foi realizado no Laboratório de Certificação e Desenvolvimento de Biomateriais (CERTBIO) da Universidade Estadual da Paraíba (UEPB) em parceria com o Laboratório de Avaliação e Desenvolvimento de Biomateriais (CERTBIO) da Universidade Federal de Campina Grande (UFCG). Tratou-se de um estudo do tipo experimental e laboratorial.

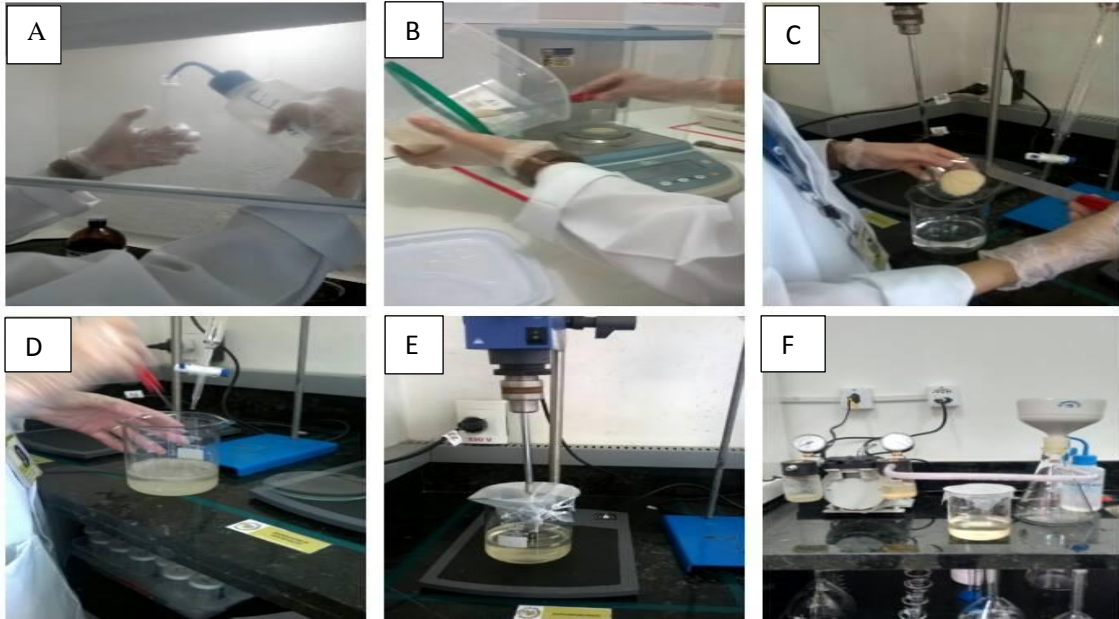
2.2 Produção da quitosana

A quitosana utilizada foi produzida de acordo com os parâmetros do laboratório CERTBIO (UFCG), sendo a mesma oriunda do exoesqueleto de camarão. As cascas foram lavadas, secas, trituradas e passaram por três reações para chegar ao pó de quitosana: desmineralização, desproteíntização, quando se tornou quitina e desacetilação, quando então se obteve a quitosana. Esta é um pó insolúvel em água e quanto maior o seu peso molar, mais viscosa ela é e quanto maior a desacetilação, mais solúvel ela fica.

Para poder associar o cimento endodôntico MTA Fillapex® à Quitosana 1% (m/v) foi necessário produzir uma solução de Quitosana (Figura 1). Esta solução foi feita através da mistura do pó de quitosana com o ácido acético diluído em água destilada.

Para preparar a solução utilizou-se um balão volumétrico, colocou-se uma pequena quantidade de água destilada, depois foi colocada a quantidade de ácido acético determinada com o auxílio de uma pipeta e de um pipetador e por fim preencheu-se até o menisco do balão com água destilada. Transferiu-se essa medida para um béquer. Prosseguiu-se com a pesagem dos 2g de quitosana em balança de precisão (Mark M 214A, BEL EQUIPAMENTOS ANALÍTICOS, PIRACICABA-SP), transferiu-se tal medida para o béquer onde estava o ácido acético diluído em água e a mistura foi feita. Esta mistura permaneceu em agitação mecânica por um período de 24h e depois foi filtrada.

Figura 1 - Produção da solução de quitosana (A-Diluição do ácido acético em água destilada; B-Pesagem do pó de quitosana; C- Transferência do pó de quitosana para o béquer contendo o ácido acético diluído em água destilada; D-Mistura do pó de quitosana com ácido acético diluído em água destilada; E- Agitação mecânica; F-Filtração da solução de quitosana)



Fonte: Arquivo pessoal da autora

2.3 Caracterização do cimento

O cimento MTA Fillapex® (Figura 2) foi espatulado conforme as recomendações do fabricante em uma placa de vidro lisa e plana com o auxílio da espátula nº 24 e logo após a solução de quitosana foi incorporada à mistura das duas pastas para que não houvesse interferência da mesma nas ligações químicas que ocorrem entre as pastas (Figura 3).

A associação do cimento manipulado à solução de quitosana previamente preparada foi realizada com o auxílio de uma seringa descartável na proporção de 9:1 v/v (cimento: solução de quitosana).

Figura 2 - Pasta base e pasta catalisadora do cimento MTA Fillapex®



Fonte: Arquivo pessoal da autora

Figura 3 - Manipulação do cimento associado a solução de quitosana



Fonte: Arquivo pessoal da autora

2.4 Realização dos testes

2.4.1 Tempo de endurecimento

A metodologia utilizada para realização deste teste esteve de acordo com as determinações da especificação nº 57 da ANSI/ADA (2012) e o protocolo utilizado por Faraoni et al. (2013).

O teste foi realizado em triplicata, como determina a especificação nº57 da ANSI/ADA (2012), em estufa a 37° C e 0% de umidade relativa como utilizado por Faraoni et

al (2013). O teste foi realizado em dois grupos: G1-MTA Fillapex® e G2-MTA Fillapex® + Quitosana.

Para realização deste teste foram confeccionados moldes/matrizas de aço inoxidável, cilíndricos com diâmetro interno de 10 mm e espessura uniforme de 2 mm (Figura 4). Os moldes foram fixados em suas faces externas, com o auxílio de cera utilidade, sobre uma placa de vidro de 0,5 cm de espessura por 7cm de largura e 14cm de comprimento (Figura 5).

Os cimentos foram manipulados e colocados no interior dos cilindros metálicos, até que ficassem totalmente preenchidos. Passados 120 ± 10 segundos do início da mistura, o conjunto placa de vidro–molde preenchido pelo cimento foi colocado sobre a grade metálica da estufa e mantido nela até o final do teste, onde foi mantida a temperatura constante de 37°C.

Decorridos 30 min do início da mistura, uma agulha Gillmore de 100 g e ponta ativa de 2 mm de diâmetro foi colocada verticalmente sobre a superfície horizontal do material em pelo menos três pontos diferentes a fim de determinar o tempo de presa inicial (Figura 6). A colocação da agulha de Gillmore sobre o material foi repetida em intervalos de tempo regulares de 60 segundos.

O tempo de endurecimento dos cimentos foi o decorrido entre o início da mistura e o momento no qual as marcas da agulha de Gillmore deixaram de ser visíveis na superfície dos cimentos.

Figura 4 - Matrizas de aço inoxidável utilizadas



Fonte: Arquivo pessoal da autora

Figura 5 - Corpos de prova fixados com cera utilidade



Fonte: Arquivo pessoal da autora

Figura 6 - Agulha de Gilmore disposta verticalmente sobre a superfície horizontal dos corpos de prova



Fonte: Arquivo pessoal da autora

2.4.2 Solubilidade e desintegração

A metodologia utilizada para realização deste teste esteve de acordo com a especificação nº 57 da ANSI/ADA (2012).

Para a realização deste teste, foram confeccionados moldes de teflon com 1,5 mm de espessura e 7,75 mm de diâmetro interno (Figura 7). Cada molde foi posicionado sobre uma placa de vidro (7 cm de largura, 14 cm de comprimento e 10 mm de espessura), recoberta por uma película de papel celofane, e preenchido com o cimento a ser testado. Um fio de nylon foi incluído na massa de cimento e outra placa de vidro, também envolta por papel celofane, foi posicionada sobre o molde (Figura 8). O conjunto foi pressionado manualmente até que as placas tocassem a superfície do molde uniformemente, sendo mantida a compressão, com auxílio de peso de 500g (Placa de vidro de 1,5 cm de espessura, 7 cm de largura e 14 cm de comprimento), por período superior ao tempo de endurecimento do material.

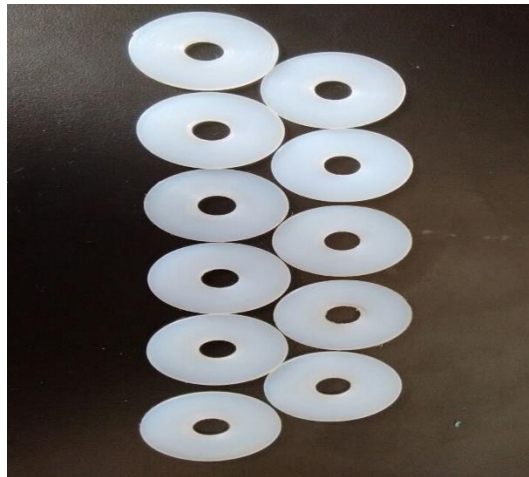
Foram realizados 5 repetições para cada grupo e o conjunto composto pelo molde de teflon, placas de vidro, fio de nylon e cimento transferido para estufa com temperatura de 37°C, permanecendo em repouso por período de tempo superior ao de endurecimento do material. Decorrido este tempo, os corpos de prova foram pesados em balança de precisão (Figura 9).

Os corpos de prova foram suspensos por meio da fixação dos fios de nylon no interior de recipientes plásticos com tampa, contendo 30 ml de água destilada e deionizada, não permitindo o contato entre os corpos de prova e a superfície interna do recipiente (Figura 10). Os recipientes foram levados à estufa a 37 °C, onde permaneceram por sete dias.

Após este período, os corpos de prova foram removidos do líquido, enxaguados em água destilada e deionizada, secos com papel absorvente e colocados na estufa por 24 h. Os corpos de prova foram então pesados para obtenção da massa final.

A solubilidade dos materiais testados foi dada pela perda de massa dos corpos de prova (Figura 11), expressa como a porcentagem da massa original do material, calculada pela equação: $m\% = \frac{mi - mf}{mi} \times 100$, na qual mi é massa inicial e mf massa final.

Figura 7- Matrizes de teflon utilizadas



Fonte: Arquivo pessoal da autora

Figura 8 - Corpos de prova acondicionados em estufa à 37° C



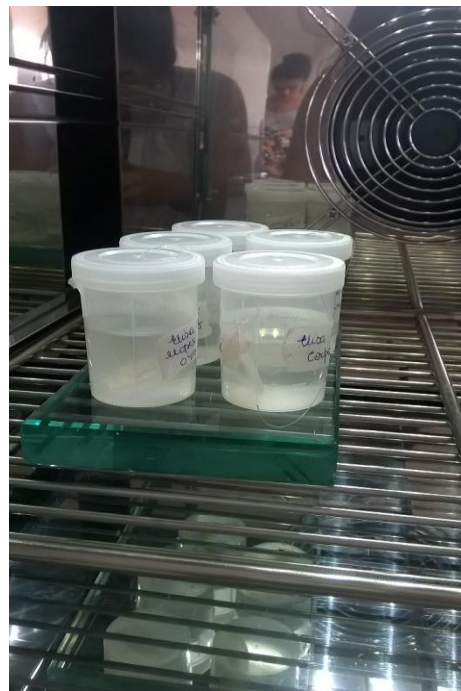
Fonte: Arquivo pessoal da autora

Figura 9 - Pesagem dos corpos de prova



Fonte: Arquivo pessoal da autora

Figura 10 - Corpos de prova suspensos por fio de nylon



Fonte: Arquivo pessoal da autora

Figura 11 - Perda de massa dos corpos de prova (desintegração)



Fonte: Arquivo pessoal da autora

2.5 Análise dos dados

Foram realizadas a análise estatística descritiva e a análise inferencial através do emprego do *teste t para amostras independentes* com a finalidade de comparar a média do tempo de endurecimento, massa inicial, massa final, perda de massa e solubilidade do G1 (MTA Fillapex) e G2 (MTA Fillapex + Quitosana). Em adição, empregou-se o *teste t para amostras dependentes* objetivando comparar a média da massa inicial e da massa final do G1 e depois do G2. Verificou-se a normalidade dos dados mediante emprego do teste de Shapiro-Wilk e a homogeneidade das variâncias por meio do teste de Levene. O nível de significância foi fixado em $p < 0,05$. Todas as análises foram realizadas no *software* IBM SPSS (Statistical Package for the Social Sciences) versão 20.0 e considerando um intervalo de confiança de 95%.

3 RESULTADOS

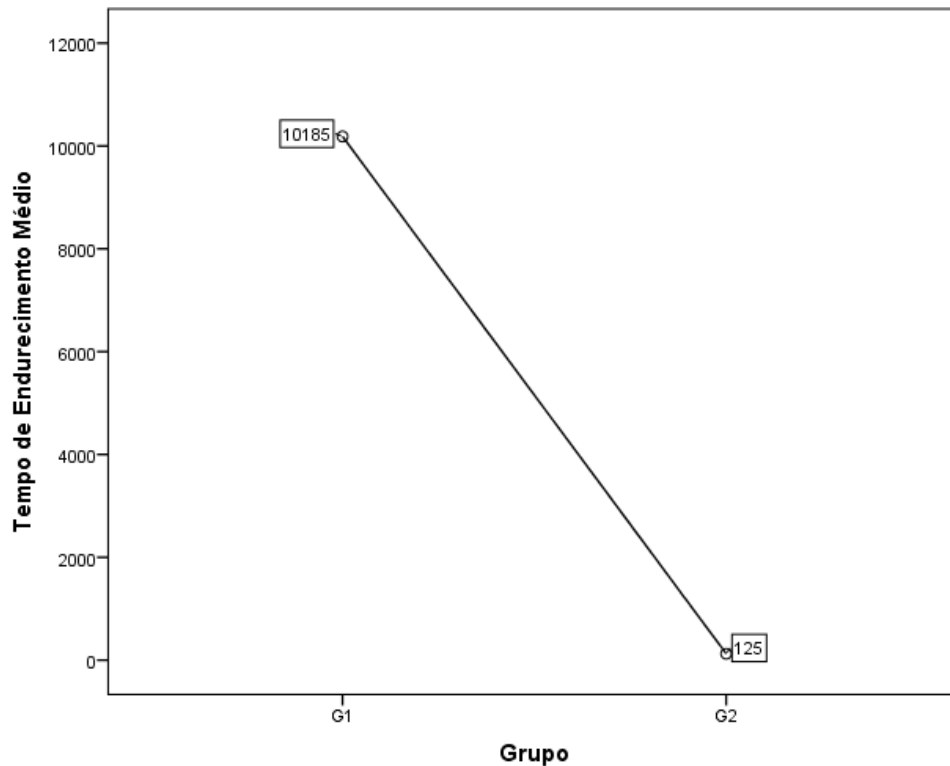
A Tabela 1 mostra a distribuição dos valores do tempo de endurecimento para o G1 e G2. Verificou-se que a média do tempo de endurecimento das amostras do G2 (125 ± 3 min) foi inferior à do G1 (10185 ± 5 min), sendo o valor de $p < 0,001$.

Tabela 1. Distribuição dos valores do tempo de endurecimento para o G1 (MTA Fillapex) e G2 (MTA Fillapex + Quitosana).

	Corpo de Prova (CP)	Tempo (min)
G1	CP ₁	10190
	CP ₂	10185
	CP ₃	10180
	Média ± desvio padrão	10185 ± 5*
	Corpo de Prova (CP)	Tempo (min)
G2	CP ₁	122
	CP ₂	125
	CP ₃	128
	Média ± desvio padrão	125 ± 3*

* Teste t para amostras independentes ($p < 0,001$).

Figura 12 -Comparação do tempo de endurecimento médio (min) do G1 (MTA Fillapex) e G2 (MTA Fillapex + Quitosana).



Fonte: Arquivo pessoal da autora

A Tabela 2 exibe a distribuição dos valores de massa inicial, massa final, perda de massa e solubilidade para o G1 e G2. O teste t para amostras independentes revelou que houve diferença estatisticamente significativa entre a média da massa inicial, perda de massa e solubilidade das amostras do G1 e G2 ($p < 0,05$). Observou-se que o G2 apresentou os menores valores de massa inicial ($1,2447 \pm 0,1232$ g), perda de massa ($0,0303 \pm 0,0359$ g) e solubilidade ($2,420 \pm 2,766$ g) em comparação com o G1.

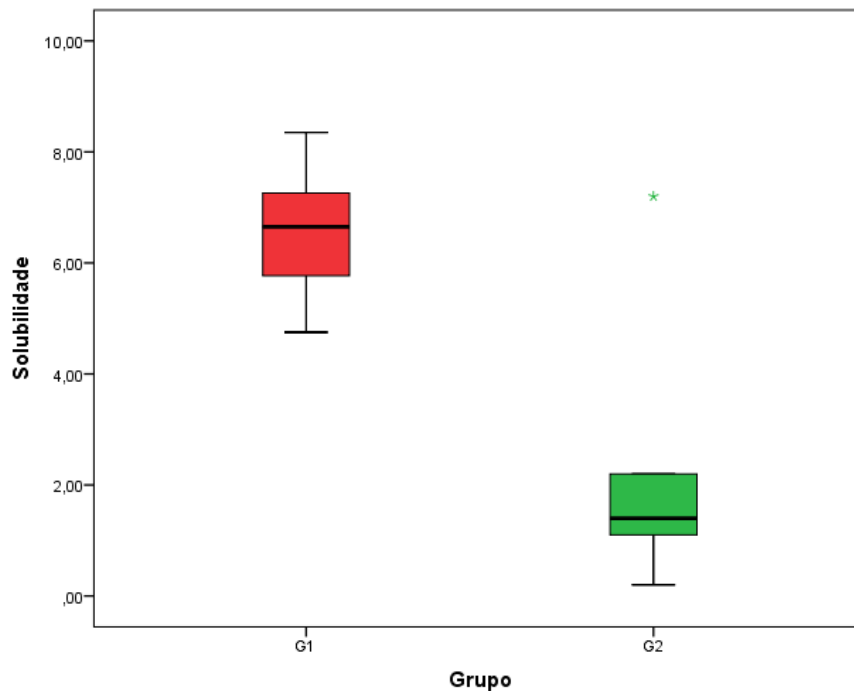
O teste t para amostras dependentes identificou que para o G1, houve diferença estatisticamente significativa entre a média da massa inicial ($1,3777 \pm 0,0337$ g) e da final ($1,2873 \pm 0,0280$ g), sendo o valor de $p < 0,05$. Em contraste, para as amostras do G2, não houve diferença estatisticamente significativa entre a média da massa inicial ($1,2447 \pm 0,1232$ g) e da massa final ($1,2143 \pm 0,1194$ g), sendo o valor de $p > 0,05$.

Tabela 2. Distribuição dos valores de massa inicial, massa final, perda de massa e solubilidade para o G1 (MTA Fillapex) e G2 (MTA Fillapex + Quitosana).

	Corpo de Prova (CP)	Massa inicial (g)	Massa final (g)	Perda de massa (g)	Solubilidade (%)
G1	CP ₁	1,3606	1,2960	0,0646	4,75
	CP ₂	1,3624	1,2839	0,0785	5,77
	CP ₃	1,4108	1,3170	0,0938	6,65
	CP ₄	1,3391	1,2420	0,0971	7,26
	CP ₅	1,4157	1,2975	0,1182	8,35
	Média ± desvio padrão	1,3777 ± 0,0337^{A a}	1,2873 ± 0,0280^{A b}	0,0904 ± 0,0202^A	6,556 ± 1,379^A
	Corpo de Prova (CP)	Massa inicial (g)	Massa final (g)	Perda de massa (g)	Solubilidade (%)
G2	CP ₁	1,1980	1,1957	0,0023	0,20
	CP ₂	1,2319	1,2185	0,0134	1,10
	CP ₃	1,3015	1,2085	0,0930	7,20
	CP ₄	1,0799	1,0565	0,0234	2,20
	CP ₅	1,4120	1,3924	0,0196	1,40
	Média ± desvio padrão	1,2447 ± 0,1232^{B a}	1,2143 ± 0,1194^{A a}	0,0303 ± 0,0359^B	2,420 ± 2,766^B

* Letras maiúsculas diferentes denotam diferenças estatisticamente significativas na mesma coluna (Teste t para amostras independentes, $p < 0,05$); Letras minúsculas diferentes denotam diferenças estatisticamente significativas na mesma linha (Teste t para amostras dependentes, $p < 0,05$).

Figura 13-Distribuição da solubilidade do G1 (MTA Fillapex) e G2 (MTA Fillapex + Quitosana)



Fonte: Arquivo pessoal da autora

4 DISCUSSÃO

Partindo do pressuposto que ainda não existe um cimento obturador ideal (LOPES; SIQUEIRA JR., 2004), este trabalho tentou potencializar as propriedades físico-químicas do MTA Fillapex®, diminuindo o alto tempo de endurecimento e a alta solubilidade com as propriedades da Quitosana, dentre elas estão a insolubilidade em água, biodegradabilidade, biocompatibilidade e a atoxicidade (TAVARIA et al., 2013), tendo em vista que são propriedades de interesse para a odontologia e, conseqüentemente, para a endodontia.

A quitosana tem sido utilizada em estudos na endodontia para analisar a capacidade de limpeza do sistema de canais radiculares (SILVA, 2011), sendo tão eficaz quanto outras soluções utilizadas rotineiramente. Além disso, tem sido estudada a sua capacidade antimicrobiana associada a cimentos como o AH PLUS (BLANCO, 2011), obtendo resultados satisfatórios.

O cimento MTA Fillapex® possui excelentes propriedades, mas apresenta alto tempo de endurecimento (CHAN HWANG, 2014) e alta solubilidade (FARIA-JUNIOR et al., 2013).

O seu tempo de trabalho de 23 minutos e tempo de endurecimento são 150 minutos e só toma presa completamente (presa final) em contato com a umidade, a qual, dentro do canal, é proveniente dos canalículos dentinários e tecidos periapicais.

A Especificação n° 57 da ANSI/ADA (2012) estabelece que o tempo de endurecimento deva estar dentro de 10% do estipulado pelo fabricante. E quando este cita um intervalo de tempo, o tempo de endurecimento deve estar dentro da faixa indicada por ele.

Neste estudo, a média do tempo de endurecimento do cimento MTA Fillapex® sem adição de quitosana foi de 10185 minutos, tempo superior ao mencionado pelo fabricante, o que pode ser explicado pelas condições em que foi realizado o teste, pois o cimento não entrou em contato com umidade, tendo permanecido durante a realização do teste em matrizes de aço inoxidável sobre uma placa de vidro em estufa a 37°C e 0% de umidade relativa.

Esses resultados corroboraram com os encontrados por Faraoni et al. (2013) que analisou comparativamente o tempo de presa e o escoamento do MTA Fillapex® também em estufa a 37° C e 0% de umidade relativa, obtendo-se tempo de endurecimento médio de 1211 minutos, tempo superior ao estimado pelo fabricante.

Segundo Abdullah et al. (2002) é formada uma rede contínua que endurece e polimeriza o cimento quando, em contato com água, partículas de silicato de cálcio do MTA formam um gel amorfo hidratado de silicato de cálcio.

Em contrapartida, no estudo realizado por Do Vale (2014), para análise do tempo de endurecimento do MTA Fillapex®, o recipiente que recebeu as amostras recém-preenchidas com cimento, foi preparado 24 horas antes de receber as amostras para ter 95% umidade e 37°C de temperatura. A média do tempo de endurecimento encontrada foi de 252 minutos, tempo aproximadamente igual ao indicado pelo fabricante. Sendo assim, pode-se dizer que o contato com umidade é fundamental para este cimento tomar presa completamente.

Nesta pesquisa, a média do tempo de endurecimento do cimento MTA Fillapex® associado a solução de quitosana foi de 125 minutos, valor bastante semelhante ao relatado pelo fabricante. Apesar desse teste também ter sido realizado em estufa a 37°C e 0% de umidade relativa, pôde-se inferir que este cimento tomou presa mais rapidamente devido à associação à solução de quitosana, a qual em sua formulação apresenta certa quantidade de água.

Para diminuir o alto tempo de endurecimento deste cimento, foram realizados diversos estudos em busca de aceleradores de hidratação, tais como ácido cítrico, ácido láctico, cloreto de cálcio, lactato de cálcio e gluconato, os quais foram adicionadas durante a mistura do MTA (CHAN HWANG, 2014). No estudo realizado por esse autor, aceleradores de hidratação melhoraram o tempo de endurecimento, mas a resistência à compressão diminuiu e no teste de citotoxicidade, ácido cítrico e lactato de cálcio mostraram biocompatibilidade favorável, enquanto que o cloreto de cálcio mostrou viabilidade inferior. O tempo de endurecimento do MTA Fillapex® associado a quitosana foi acelerado consideravelmente.

A especificação número 57 da ANSI/ADA (2012) determina que a solubilidade de cimentos endodônticos deve ser calculada em porcentagem, não devendo ultrapassar os 3% em perda de massa e a amostra não deve mostrar sinais de desintegração.

Santos (2009) afirmou que a solubilidade dos cimentos endodônticos deve ser baixa porque pode ocorrer a formação de poros durante a solubilização, os quais podem prejudicar a selabilidade dos compostos, podendo também haver a liberação de produtos tóxicos ao organismo.

A solubilidade do MTA Fillapex® não associado a quitosana que foi de 6,556%, havendo uma diferença estatisticamente significativa entre a massa inicial e final das amostras, e sendo um valor acima do preconizado pela especificação número 57 da ANSI/ADA (2012). Esse valor acima do preconizado também foi encontrado por Borges (2011), 14.89%, e Do Vale (2014), 15.69%.

Ademais, em estudo (BORGES, 2011) que também analisou a solubilidade do MTA Fillapex®, as amostras foram analisadas em Microscopia Eletrônica de Varredura e foi evidenciado o aparecimento de fissuras na superfície externa e aumento da porosidade na superfície interna, após a imersão no líquido do teste de solubilidade, fator que poderia causar uma maior perda de massa e, conseqüentemente, maior solubilidade.

Segundo Viapiana et al. (2014) e Coomaraswamy et al. (2007), a alta solubilidade do MTA Fillapex® tem como causa os aditivos que são encontrados em sua composição, os quais desestabilizam a sua matriz e, possivelmente, por apresentar, em sua composição, trióxido de bismuto, composto relacionado a baixa estabilidade molecular em materiais à base de MTA.

A média da solubilidade do MTA Fillapex® associado a quitosana, a qual foi de 2,42%, não havendo diferença estatisticamente significativa entre as médias das massas iniciais e finais dos corpos de prova, demonstrando que a solubilidade do cimento associado a

quitosana está dentro do valor determinado pela especificação número 57 da ANSI/ADA (2012).

Não foram encontrados na literatura trabalhos que analisem a influência nessas propriedades físico – químicas devido à associação da solução de quitosana ao cimento MTA Fillapex®. Sendo assim, mais estudos são necessários para elucidar a possível interação química que levou a alterações significativas nas propriedades físico-químicas deste cimento.

5 CONCLUSÃO

Diante do exposto, pode-se afirmar que a associação da quitosana ao cimento endodôntico MTA Fillapex® influenciou significativamente em suas propriedades físico-químicas, diminuindo o tempo de endurecimento e a solubilidade e desintegração, sendo que para a segunda propriedade avaliada o resultado foi satisfatório já que os valores obtidos estavam dentro do intervalo preconizado pela especificação número 57 da ANSI/ADA (2012). No entanto, mais estudos são necessários para verificar se esta associação é efetiva e se poderá ser utilizada na terapêutica endodôntica.

ANALYSIS OF INDURATION TIME AND SOLUBILITY AND DISINTEGRATION OF MTA FILLAPEX® CEMENT ASSOCIATED OR NOT TO CHITOSAN

ABSTRACT

The aim of this study was to analyze the induration time and the solubility/disintegration of the MTA Fillapex® cement associated or not to chitosan. It was used the chitosan solution produced according to the CERTBIO/UFCG's laboratory parameters, the same being derived from the exoskeleton of shrimps. The setting time was performed in triplicate per group, whereas the elapsed time was from the start of the mix until the moment that the Gillmore needle did not mark the surface. To determine the solubility, teflon matrices were filled with cement and in its mass was placed a nylon yarn. The specimens were placed between two glass plates wrapped in cellophane manually pressed and maintained thereafter compressed with a weight (glass plate with a 1.5 cm thickness, 7 cm width and 14cm length) and kept in na incubator for three times the induration time. Afterwards, they were weighed and suspended in the container containing distilled water for seven days. Immediately after, they were washed and dried with absorbent paper and weighed to determine mass loss and consequent solubility. The average setting time and the solubility and disintegration of the MTA Fillapex® were respectively of 10185 min. and 6,556% and the MTA Fillapex® associated to chitosan was 125 min. and 2.42%. The association of chitosan decreased the time of induration and the solubility and disintegration MTA Fillapex®

Keywords: Endodontics. Dental cements. Resin cements. Chitosan.

REFERÊNCIAS

ABDULLAH, D. et al., An evaluation of accelerated Portland cement as a restorative material. **Biomaterials.**, v.23, n.19, p. 4001-4010, 2002.

American National Standard Institute/American Dental Association ANSI/ADA Standard No. 57. Endodontic Sealing Materials. Reaffirmed by ANSI 2012 Ago; 1-16.

ANGELUS. Bula do cimento MTA Fillapex®. Disponível em:< <http://angelus.ind.br/MTA-Fillapex-11.html>>. Acesso em: 05 de JAN. 2016.

BLANCO, M.A. **Avaliação da incorporação de nanopartículas de quitosana ao cimento endodôntico AH PLUS™**. 2011. 78f. Dissertação (Mestrado em Engenharia metalúrgica e de materiais) – Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro. 2011.

CHAN HWANG, Y. Setting time of MTA. **Restor Dent Endod**, v. 39, n.1, fev.2014.

BORGES, R.P. **Avaliação da solubilidade de cimentos obturadores dos canais radiculares à base de silicato de cálcio**. 2011.125f. Tese (Doutorado em Odontologia) – Universidade de Ribeiro Preto, UNAERP, Ribeiro Preto. 2011.

COOMARASWAMY, K. S.; LUMLEY, P. J.; HOFMANN, M. P. Effect of bismuth oxide radiopacifier content on the material properties of an endodontic Portland cement-based (MTA-like) system. **J. Endod.**, v. 33, n. 3, p. 295-298, 2007.

DO VALE, T.M. **Avaliação do tempo de presa, alteração dimensional e solubilidade diferentes cimentos endodônticos**. 2014.70f. Dissertação(Mestrado em Ciências da Saúde)- Universidade de Brasília, Faculdade de Ciências da Saúde, Brasília.2014.

FARAONI, G et. al. Avaliação comparativa do escoamento e tempo de presa do cimento MTA Fillapex®. **RFO**, Passo Fundo, v.18, n. 2, p.180-184, maio/agosto 2013.

FARIA-JUNIOR, N.B et al. Antibiofilm activity, pH and solubility of endodontic sealers. **Int Endod J**, v. 46, p. 755-762, 2013.

GIL, A. C., et al. Revisão Contemporânea da Obturação Termoplastificada, Valendo-se da Técnica de Compactação Termomecânica. **Rev Saúde**, v.3, n.3, p. 20- 29, 2009.

GOLDBERG, F. **Materiais e tecnicas de obturacion endodonticas**. Buenos Aires, Ed. Mundi, 1982.

GOY, R.C.; ASSIS, O.B.G.; CAMPANA-FILHO, S.P.; Produção de esferas de quitosana. **Revista Biotecnologia Ciência e desenvolvimento**, 33^a ed, p.30-34, 2004.

LEONARDO, M. R.; LEAL, J. M. **Endodontia: tratamento de canais radiculares**. São Paulo, Médica Panamericana, 1991.

LOPES, H.P. e SIQUEIRA JR, J.F. **Endodontia: Biologia e Técnica**. 2. ed. Rio de Janeiro: Editora Guanabara Koogan S.A. 2004. 964p.

MARTINS, S. C. et al. Comparação da obturação endodôntico pelas técnicas de condensação lateral, híbrida de Tagger e Termafil: estudo piloto com Micro-tomografia computadorizada. **Revista Portuguesa de Estomatologia, Medicina Dentária e Cirurgia Maxilofacial**, v. 52, n.2, p.59-69, 2011.

MAYID, B. U. e DOKY, C. M. Obturación con gutapercha termoplastificada. **Publicación Científica Faculdade de Odontología**, v.12, p.73-80, 2010.

PÉCORRA, J.D. e SOUSA NETO, M.D.; **Materiais obturadores dos canais radiculares**, 2004. Disponível em:< <http://www.forp.usp.br/restauradora/matob.html#cimentos>>. Acesso em: 08 de JAN. 2016.

RINAUDO, M. Chitin and Chitosan: Properties and applications. **Prog. Polym. Sci.** v.31, n.7, p.603-632, jul.2006.

SANTOS, A.D. **Estudo de propriedades físico-químicas de um novo cimento obturador endodôntico**. [Tese- Doutorado em ciência e tecnologia de materiais]. Ilha Solteira: Faculdade de Ciências, Universidade Estadual Paulista, Ilha Solteira.2009.

SHAIK, J., GARLAPATI, R., NAGESH, B., SUJANA, V., JAYAPRAKASH, T., NAIDU, S. Comparative evaluation of antimicrobial efficacy of triple antibiotic paste and calcium hydroxide using chitosan as carrier against *Candida Albicans* and *Enterococcus Faecalis*: An *in vitro* study. **J Conserv Dent**, v. 17, n.4, p. 335-339, jul/ago. 2014.

SILVA, P.V. **Avaliação da capacidade de limpeza do canal radicular por meio de agentes quelantes e desmineralizantes: estudo, ex vivo, por MEV e espectrometria dos compostos.** 2011. 72f. Dissertação (Mestrado em Odontologia) – Universidade de São Paulo, Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto, Ribeirão Preto. 2011.

TAVARIA et al., A Quitosana como biomaterial odontológico: estado da arte. **Rev. Bras. Eng. Biom.**, v. 29, n. 1, p. 110-120, mar. 2013.

VIAPIANA, S.V. Physicochemical and mechanical properties of zirconium oxide and niobium oxide modified Portland cement-based experimental. **Int Endod J**, v. 47, n.5, p. 1-12, jul.2014.

VINEETA, N., GUPTA, S., e CHANDRA, A. Retrievality of calcium hydroxide intracanal medicament with chitosan from root canals: An *in vitro* CBCT volumetric analysis. **J. Conserv Dent**, v.17, n.5, p. 454-457, set/out.2014.