

Sorção de Água dos Ionômeros para ART Adicionados com Própolis

Water Sorption of ART- Glass Ionomers with Propolis Addition

Valéria Barros Pereira Barbosa Troca^{a*}, Priscila Freire Suplano^b, Maria Cristina Marcucci^c, Karen Barros Parron Fernandes^d, Flaviana Bombarda de Andrade Ferreira^e, Linda Wang^f

Resumo

O Cimento de Ionômero de Vidro (CIV) é um material de grande versatilidade e ampla aplicação na Odontologia. O efeito antimicrobiano, devido à liberação de flúor, é uma de suas propriedades mais relevantes. A adição da própolis é sugerida por potencializar esse efeito do ionômero e por ser uma substância natural. Em situações de maior necessidade da ação antibacteriana, esta associação ao CIV teria grande contribuição, como no Tratamento Restaurador Atraumático (ART). Entretanto, poderiam ocorrer alterações nas propriedades do material. O objetivo deste trabalho foi avaliar a sorção de água de CIVs utilizados para ART adicionados com própolis.

Palavras-chave: Cimento de Ionômero de Vidro. Própolis. Sorção de Água. Tratamento Restaurador Atraumático.

Abstract

Glass ionomer cement (GIC) is a versatile material of widespread application in Dentistry due to its benefits. Antimicrobial effect due to fluoride release is one of its most relevant properties. Propolis addition is suggested to optimize this effect; furthermore it is a natural substance. In cases where antibacterial action is of high priority, this combination with GIC would be of great contribution as in Atraumatic Restorative Treatment (ART). However, it could lead to alterations in its properties. The aim of this study was to analyze water sorption of GIC indicated to ART in association with propolis.

Key-Words: Glass Ionomer Cement. Propolis. Water Sorption. Atraumatic Restorative Treatment.

^a Mestranda em Odontologia - Universidade Norte do Paraná (UNOPAR). E-mail: valeriatroca@gmail.com.

^b Discente de Iniciação Científica em Odontologia - Universidade Norte do Paraná (UNOPAR). E-mail: pri_suplano@yahoo.com.br.

^c Doutora em Ciências - Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP). Docente Universidade Bandeirante de São Paulo (UNIBAN). E-mail: mrribeiro@uniban.br.

^d Doutora em Farmacologia - Faculdade de Medicina de Ribeirão Preto (FMRP). Docente da Universidade Norte do Paraná (UNOPAR). E-mail: karen.fernandes@unopar.br.

^e Doutora em Odontologia - Universidade de São Paulo (USP). Docente da Universidade Norte do Paraná (UNOPAR). E-mail: flavianaferreira@uol.com.br.

^f Doutora em Odontologia e docente da Universidade de São Paulo (USP). E-mail: wang.linda@uol.com.br.

* Endereço para correspondência: Avenida Inglaterra 1060 Ap. 304 Bairro: Igapó, Cep 86046-000 - Londrina/PR.

1 Introdução

A Odontologia tem evoluído nas últimas décadas com o surgimento de uma nova abordagem de tratamento, que visa máxima prevenção e mínima invasão aos tecidos dentários¹. Uma das principais preocupações é com o aumento da longevidade das restaurações já existentes e a manutenção das estruturas dentárias. Deste modo mudam-se os paradigmas que norteiam a Odontologia Restauradora, cuja filosofia enfatiza a saúde e não a doença.

A abordagem do Tratamento Restaurador Atraumático (Atraumatic Restorative Treatment - ART) surgiu da necessidade de se preservar os dentes e foi, inicialmente, difundida em comunidades mais carentes, que se baseia na

Filosofia Minimamente Invasiva. A Odontologia que muitas comunidades conheciam era a da mutilação, determinada apenas pela exodontia. A técnica do ART consiste na remoção do tecido cariado com instrumentos cortantes manuais e a restauração da cavidade com material com bom selamento marginal, sendo o CIV o material de escolha².

O cimento de ionômero de vidro é um material que apresenta vários benefícios devido às suas propriedades, destacando-se a liberação de flúor, adesão aos substratos dentários, coeficiente de expansão térmica linear semelhante ao dente e a biocompatibilidade. Estas propriedades tornaram-no um material de grande versatilidade e ampla aplicação na Odontologia^{3,4}. Há comprovações científicas de que o cimento ionomérico apresenta efeito antibacteriano sobre a microbiota cariogênica, especialmente aos *Streptococcus mutans*, em cavidades dentárias⁵.

Alguns trabalhos se propuseram a avaliar o efeito antimicrobiano de substâncias potencialmente eficazes, como própolis e antibióticos, associadas ao cimento de ionômero de vidro^{6,7}. Em situações de maior necessidade deste efeito antimicrobiano, essa incorporação ao CIV teria grande contribuição, como em comunidades onde o ART é indicado.

A própolis é uma substância resinosa elaborada pelas abelhas, que colhem as resinas presentes nas plantas e as transformam, com uma enzima produzida por suas glândulas salivares, fornecendo-lhes ácidos graxos insaturados, que potencializam as propriedades terapêuticas das resinas vegetais⁸. As plantas sintetizam produtos com características antimicrobianas e imunológicas, sendo que as propriedades

terapêuticas das resinas vegetais se caracterizam pelo eficiente poder protetor das plantas, ou seja, pela sua ação antimicrobiana. A defesa das plantas contra os microrganismos é o princípio que explica a natureza antimicrobiana da própolis. Diversos estudos comprovaram o efeito antimicrobiano da própolis, especialmente sobre microrganismos orais^{9, 10, 11, 12, 13, 14, 15, 16}.

Associada a esta propriedade, foi também observada a biocompatibilidade desta substância^{17, 18}, o que viabiliza o uso com segurança da própolis em Odontologia.

Os materiais restauradores devem apresentar características que os tornem resistentes às adversidades do meio bucal. A saliva é um fluido bucal produzido pelo organismo, rica em diversas substâncias orgânicas e inorgânicas, contém ainda microbiota numerosa e complexa. Sob o ponto de vista clínico, os materiais restauradores devem apresentar importantes propriedades físicas, como a sorção e a solubilidade em água¹⁹.

A sorção de água é uma das propriedades físicas mais críticas e interessantes dos cimentos de ionômero de vidro e deve ser baixa para que outras propriedades do ionômero sejam minimamente alteradas²⁰.

A água tem um papel fundamental no desenvolvimento das propriedades físico-mecânicas dos cimentos ionoméricos^{21; 22}, sendo a responsável pelo transporte de cátions de cálcio e de alumínio, que reagirão com o poliácido, formando a matriz de poliácrlato (matriz de hidrogel). Se ocorrer perda de água, as reações químicas diminuem e devido à desidratação, surgem rachaduras na superfície do material²³. Já a contaminação precoce do cimento ionomérico pela água, leva à perda de substância, reduzindo o potencial das propriedades físicas e a translucência do material, por exemplo, alterando a estabilidade da cor. Portanto, a água tem papel primordial, favorecendo ou impedindo, todo o potencial físico-mecânico do cimento ionomérico²⁰. O trabalho científico teve como objetivo pesquisar, *in vitro*, se a propriedade sorção de água foi alterada ou não, quando o cimento de ionômero de vidro foi associado à própolis.

2 Material e Método

O trabalho científico desenvolvido foi um estudo do tipo *experimental in vitro*. Foram testados dois CIVs de alta viscosidade indicados para ART, Ketac Molar Easy mix[®] (KM) e ChemFlex[®] (C) e um CIV convencional (controle) Ketac-Fil Plus[®] (KF). A própolis utilizada neste experimento foi obtida a partir do extrato mole puro de própolis verde (figura 1). Uma análise química dos componentes desta própolis foi obtida em associação com o Laboratório da Universidade Bandeirante em São Paulo. A própolis selecionada passou por um processo de tipificação, que é a identificação de seus compostos bioativos nas amostras padronizadas, através de métodos como a técnica de cromatografia líquida de alta eficiência (CLAE). Somente desta forma é possível trabalhar com este composto de origem variada e complexa¹⁷.

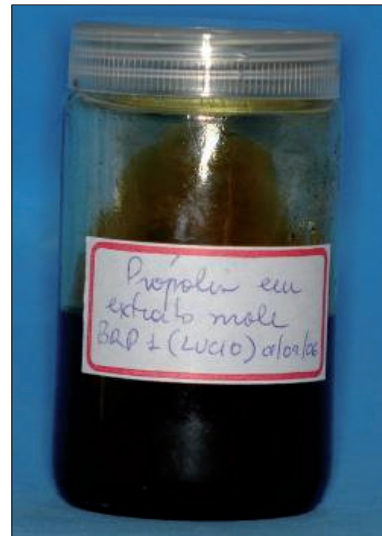


Figura 1 - Própolis em extrato mole puro de própolis verde

A própolis foi inserida ao cimento de ionômero de vidro nas formas de própolis liofilizada a 100% (figura 2) e extrato etanólico de própolis a 50% (figura 3), cujo veículo é o etanol. Antes dos testes definitivos, foram realizados vários testes-piloto, para avaliação das formas de inserção da própolis ao cimento ionomérico e as respectivas proporções.



Figura 2 - Própolis liofilizada a 100%

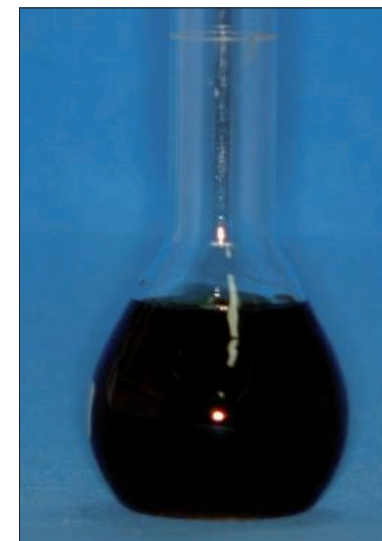


Figura 3 - Extrato etanólico de própolis a 50%

Os corpos-de-prova foram distribuídos em grupos conforme apresentado no Quadro 1.

Cimentos	Grupos	Abreviaturas
Ketac Molar Easymix	Puro	KM
	Com 2% de própolis liofilizada a 100%	KML
	Com 1% de extrato etanólico de própolis a 50%	KME
ChemFlex	Puro	C
	Com 2% de própolis liofilizada a 100%	CL
	Com 1% de extrato etanólico de própolis a 50%	CE
Ketac-Fil Plus	Puro	KF
	Com 2% de própolis liofilizada a 100%	KFL
	Com 1% de extrato etanólico de própolis a 50%	KFE

Quadro 1 - Distribuição dos grupos dos CIVs

2.1 Confeção dos corpos-de-prova

Antes da confecção dos corpos-de-prova foi realizado estudo prévio para avaliar a quantidade necessária de pó e líquido para o preenchimento das matrizes de aço inoxidável. As proporções de pó e líquido foram respeitadas utilizando-se uma balança analítica com 0,0001g de precisão (Electronic Balance - modelo Bel Mark 205).

Foram confeccionados 72 corpos-de-prova para o teste de acordo com as especificações da ISO 4049: 1988 (E)²⁴.

Após a mistura total, o cimento era colocado em cápsulas plásticas e injetado com a ajuda de uma seringa Centrix (Seringa Centrix, DFL). O material era inserido em matriz de aço inoxidável de (15 ± 1) mm de diâmetro por $(0,5 \pm 0,1)$ mm de espessura (figura 4), previamente lubrificada com vaselina sólida (Rioquímica, 90g) por pincel descartável.



Figura 4 - Matriz para o Teste de Sorção de Água

Uma matriz de poliéster (TDV Dental, Santa Catarina, Brasil) sobre o corpo-de-prova foi utilizada, protegendo assim a extremidade da amostra. Logo em seguida, foi incidida sobre o material uma leve pressão, inicialmente digital para espalhar o cimento e em seguida, por um período de vinte segundos, por uma lâmina de vidro. O material era extravasado pelo topo da matriz devido à pressão. Após a espera do tempo de presa, em torno de quinze minutos, os corpos-de-prova eram retirados da matriz e os excessos removidos com lâmina de bisturi n.º.15 (BD), nas laterais dos espécimes, finalizando seu preparo (figura 5).

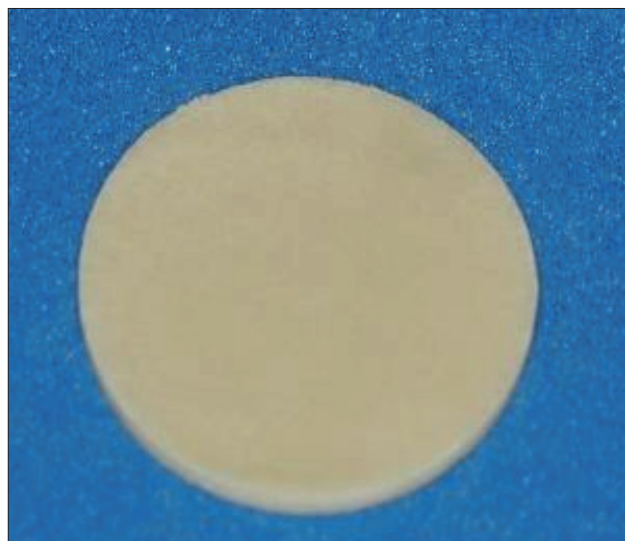


Figura 5 - Corpo-de-prova obtido para o Teste de Sorção de Água dos CIVs

No teste realizado, foram acrescentadas aos CIVs duas diferentes formas de própolis. A própolis liofilizada a 100% foi adicionada ao pó do cimento ionomérico, resultando na concentração final de 2% de própolis no CIV. O extrato etanólico de própolis a 50%, foi adicionado ao líquido do ionômero, com ajuda de pipeta (Gilson, França), resultando em uma concentração final de 1% de própolis no cimento ionomérico⁶.

2.2 Teste de sorção de água

Os espécimes foram submetidos inicialmente à ciclagem de desidratação e ficaram armazenados em dessecadora constituída por uma cubeta de vidro fechada, que no fundo continha sílica em gel. Esta dessecadora era mantida em estufa (Quimis) a $37 (\pm 1)^\circ\text{C}$. Os corpos-de-prova eram colocados em tampas de frascos plásticos de referência J10, devidamente identificados e eram armazenados dentro da dessecadora. A pesagem dos corpos-de-prova era diária, em balança analítica, até obtenção de uma massa estável (m_1). A m_1 foi obtida através da perda de massa de cada espécime, desde que esta perda não ultrapassasse 0,2mg em 24h.

Após a estabilização da massa, os mesmos foram submetidos à ciclagem de hidratação, sendo imersos em 10mL

de água deionizada, em recipientes plásticos J10 devidamente identificados e também mantidos em estufa (Quimis) a 37 (± 1)°C. Após a estabilização da massa com a ciclagem de hidratação foi obtida a m_2 dos espécimes. Nesta etapa de hidratação para obtenção da massa m_2 , um cuidado adicional foi tomado em relação à padronização da secagem dos corpos-de-prova. Um papel absorvente (Guardanapo de papel de folha dupla - Lips 33,5cm x 30,0cm) de camada dupla foi utilizado e cada amostra era seca de ambos os lados sem pressão, durante cinco segundos.

Na última fase, uma nova ciclagem de desidratação foi realizada e os corpos-de-prova foram armazenados novamente em dessecadora e mantida em estufa a 37 (± 1)°C. Neste terceiro ciclo foi registrada a perda de massa dos corpos-de-prova obtendo-se a m_3 .

Foi realizado um relatório diário das rotinas de laboratório, como o registro da umidade relativa do ar, temperatura ambiente, data e horário. A umidade relativa do ar apresentou média de 65% e a temperatura ambiente média de 23°C. A pesagem era feita sempre no mesmo horário. Durante todo o processo, o contato com as mãos foi evitado para minimizar a contaminação, sendo utilizado luva de procedimento (Satari) e pinça clínica curva (Duflex) para a manipulação dos corpos-de-prova. Antes de cada pesagem, um tempo de dez minutos sempre era aguardado, para que fosse atingida a temperatura do ambiente.

A mudança para cada ciclo só foi possível após a estabilização das massas m_1 , m_2 e m_3 dos corpos-de-prova dos cimentos ionoméricos. A mudança ocorria quando havia perda ou ganho de peso de no máximo 0,2mg em um período de 24h.

Após esta estabilização da massa do cimento ionomérico foram colhidas três medidas de espessura em milímetros, de cada corpo-de-prova, em três pontos diferentes utilizando um paquímetro digital (Messen). Após esta medição foi realizada uma média visando à obtenção de apenas um único valor de espessura em milímetros de cada amostra, para o cálculo do volume da amostra em milímetros cúbicos.

Após a estabilização da massa m_3 obtida no último ciclo, na ciclagem de desidratação, os valores de sorção (S) de água foram calculados para cada espécime e obtidos em $\mu\text{g}/\text{mm}^3$ por meio da seguinte fórmula:

$$S = (M_2 - M_3)/V$$

- m_2 é a massa obtida após a imersão em água deionizada [μg]
- m_3 é a massa obtida após o segundo ciclo de desidratação [μg]
- V é o volume da amostra [mm^3]

3 Resultados

Os resultados obtidos do teste de sorção dos cimentos de ionômero de vidro testados foram submetidos à Análise de Variância a um critério (ANOVA) e as diferenças entre os grupos, complementado pelo Teste de Tukey para múltiplas comparações, estabelecendo-se $p < 0,05$. Foi utilizado o

programa Graph Prism 4.0.

O KFL apresentou a maior média na sorção de água e o KM a menor média, variando de 189,6 a 101,0 $\mu\text{g}/\text{mm}^3$, conforme apresentado no gráfico 1. Os CIVs associados à própolis liofilizada ou ao extrato etanólico de própolis a 50%, apresentaram maiores médias de sorção de água, quando comparados com seus respectivos grupos controles ($p < 0,05$). A associação com a própolis liofilizada provocou maior sorção em comparação com seu respectivo grupo etanólico. O grupo controle convencional KF demonstrou menor sorção de água comparativamente ao C e sem diferença com KM, ambos indicados para o ART.

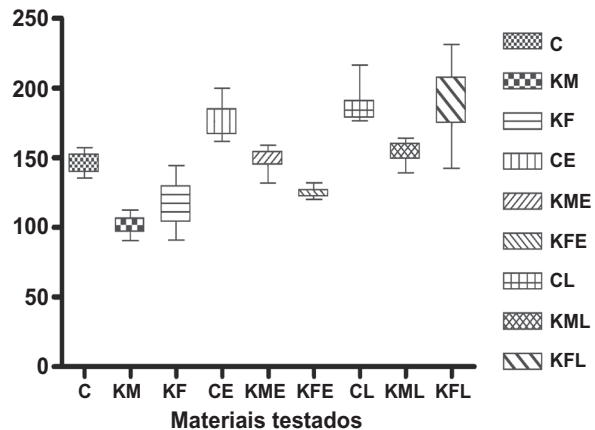


Figura 3 - Extrato etanólico de própolis a 50%.

Desta forma, a hipótese nula (H_0) testada, de que não há diferença na sorção de água dos cimentos de ionômero de vidro com ou sem própolis, foi rejeitada.

4 Discussão

Pelos dados observados neste estudo, no teste de sorção de água, cada CIV puro, indicado para ART ou convencional, apresentou valores de sorção menores quando comparado às suas versões associadas às formas de própolis.

Os grupos associados à própolis apresentaram maiores valores de sorção de água, sendo o grupo da própolis liofilizada, o que apresentou sorção maior quando comparado ao grupo com extrato etanólico. A possível causa deste aumento de sorção de água pode ser devido à presença da própolis liofilizada (pó), que é o extrato mole puro de própolis verde desidratado através de um liofilizador. Provavelmente a própolis liofilizada provoque um desequilíbrio osmótico, tornando-se mais hipertônico que o meio aquoso e, portanto consegue absorver mais água resultando desta forma em uma sorção maior pelo corpo-de-prova durante o teste.

O CIV convencional, KFL apresentou a maior média (189,6 $\mu\text{g}/\text{mm}^3$) de sorção de água. Este aumento da sorção não é interessante para o resultado final do ionômero, pois baseado na literatura científica, quando há maior sorção de água pelo CIV, podem ocorrer também alterações das propriedades do material, prejudicando seu desempenho clínico, causando maior fragilidade mecânica²¹.

Já o KM apresentou a menor média (101,0 $\mu\text{g}/\text{mm}^3$) de todos os grupos. Este CIV é um material indicado para a técnica do tratamento restaurador atraumático, portanto quando a sorção é baixa, os resultados são melhores, por não alterar as reações químicas que ocorrem durante o tempo de presa do material, pela presença da água.

Os cimentos de ionômero de vidro indicados para ART, o CL (186,6 $\mu\text{g}/\text{mm}^3$) e o CE (177,0 $\mu\text{g}/\text{mm}^3$) não foram estatisticamente diferentes do KFL (189,6 $\mu\text{g}/\text{mm}^3$). Estes três ionômeros apresentaram valores altos de sorção, confirmando novamente, que os CIVs associados à própolis liofilizada ou ao extrato etanólico apresentam sorção maior.

Os grupos controle apresentaram valores menores de sorção de água. Houve alteração do cimento de ionômero de vidro quando associado à própolis liofilizada ou ao extrato etanólico de própolis.

Clinicamente não é interessante que o CIV apresente grande sorção de água, pois as alterações estruturais que ocorrem podem inviabilizar sua utilização²³. Apesar dos materiais ionoméricos testados sofrerem alterações nesta propriedade tão importante, ao ocorrer diferença na sorção de água dos cimentos de ionômero de vidro com ou sem própolis, em nosso estudo o KML, KME e o KFE não apresentaram diferença estatística significativa com o C puro, e as médias de sorção ficaram próximas aos seus controles. Em laboratório, os ionômeros KML, KME e KFE apresentaram aspectos visíveis favoráveis. Portanto, baseado nos resultados estatísticos e laboratoriais acredita-se que o uso clínico do C, KML, KME e do convencional KFE, com a adição da própolis favoreceria o ART, ao potencializar o efeito antimicrobiano do CIV. Mas, ainda são necessários estudos de outras propriedades do material ionomérico, inclusive *in vivo*, para verificar suas alterações ou não, antes de indicar seu uso clínico.

Agradecimentos

Os autores agradecem as empresas 3M ESPE e Dentsply por fornecerem os cimentos de ionômero de vidro para a pesquisa, de forma isenta aos resultados obtidos.

Referências

1. Frencken JE, Pilot T, Songpaisa Y, Phantumvanit P. Atraumatic Restorative Treatment (ART): rationale, technique, and development. *J Public Health Dent* 1996 set;56(3):135-40.
2. Frencken JE, Makoni F, Sithole WD, Hackenitz E. Three-year survival of one-surface ART restorations and glass-ionomer sealants in a school oral health programme in Zimbabwe. *Caries Res* 1998;32(2):119-26.
3. McLean JW. The clinical use of glass-ionomer cements. *Dent Clin North Am* 1992 jul;36(3):693-711.
4. Navarro MFL, Pascotto RC. *Cimentos de ionômero de vidro: aplicações clínicas em Odontologia*. São Paulo: Artes Médicas; 1998.
5. Vermeersch G, Leloup G, Delmée M, Vreven J. Antibacterial activity of glass-ionomer cements, compomers and resin composites: relationship between acidity and material setting phase. *J Oral Rehabil* 2005 May;32(5):368-74.
6. Pinheiro SL, Simionato MRL, Oda M. Atividade antimicrobiana *in vitro* dos cimentos de ionômeros de vidro associados à própolis ou antibióticos. *Rev Assoc Paul Cirur Dent* 2003; 57(3):215-9.
7. Ferreira HC, Rego MA. Avaliação *in vitro* de propriedades físico-químicas de cimentos de ionômero de vidro convencionais, após adição de própolis e antibióticos. *Cienc Odontol Bras* 2006 jan/mar;9(1):38-46.
8. Ghisalberti EL. Propolis: a review. *Bee World* 1979;60(2):59-84.
9. Almeida RVD, Dias RC, Vieira MSP, Queiroz MP, Pereira JS, Padilla WVN. Efeito clínico de solução anti-septica à base de própolis em crianças cáries ativas. *Pesqui Bras Odontopediatria Clin Integr* 2006 jan./abr.;6(1):87-92.
10. Duarte S, Koo H, Bowen WH, Hayacubara MF, Cury JA, Ikegaki M, Rosalen PL. Effect of a novel type of propolis and its chemical fractions on glucosyltransferases and on growth and adherence of mutans streptococci. *Biol Pharm Bul* 2003 abr;26(4):527-31.
11. Ferreira FBA. Antimicrobial evaluation of endodontic treatment in dog's teeth. *J Dent Res* 2004;83:3033.
12. Ferreira FBA, Torres SA, Rosa OS, Ferreira RC, Garcia M, Marcuse BG. Antimicrobial effect of propolis and other substances against selected endodontic pathogens. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod* 2007 Nov;104(5):709-16.
13. Ikeno K, Ikeno T, Miyazawa C. Effects of propolis on dental caries in rats. *Caries Res* 1991;25(5):347-51.
14. Koo H, Rosalen PL, Cury JA, Ambrosano GMB, Murata RM, Yatsuda R et al. Effect of a new variety of *Apis mellifera* propolis on mutans streptococci. *Cur Microbiol* 2000 Set;41(3):192-6.
15. Manara LRB, Andoni SJ, Gromatzky A, Conde MC, Bretz WA. Utilização da própolis em Odontologia. *Rev FOB* 1999 jul/dez;7(3/4):15-20.
16. Marcucci MC. Propolis: chemical composition, biological properties and therapeutic activity. *Apidologie* 1995;26(2):83-99.
17. Bretz W A, Chiego DJ, Marcucci I, Cunha a, Custódio A, Shenider LG. Preliminary report on the effects of propolis on wound healing in the dental pulp. *Z Nat.forsch* 1998 Nov/Dec; 53(11/12):1045-8.
18. Al-Shaher A, Wallace J, Agarwal S, Bretz W, Bayh D. Effect of propolis on human fibroblasts from the pulp and periodontal ligament. *J Endod* 2004 maio;30(5):359-61.
19. Mortier E, Gerdolle DA, Jacquot B, Panighi MM. Importance of water sorption and solubility studies for couple bonding agent: resin-based filling material. *Oper Dent* 2004 Nov/Dec;29(6):669-76.
20. Cefaly, DFG, Franco EB, Mondelli, RFL, Francisconi, PAS, Navarro MFL. Diametral tensile strength and water sorption of glass-ionomer cements used in Atraumatic Restorative Treatment. *J Appl Oral Sci* 2003 abr/jun;11(2):96-101.
21. Cattani-Lorente MA, Godin C, Meyer JM. Mechanical behavior of glass ionomer cements affected by long-term storage in water. *Dent Mater* 1994 jan;10(1):37-44.
22. Musanje L, Shu M, Darvell B. W. Water sorption and mechanical behavior of cosmetic direct restorative materials in artificial saliva. *Dent Mater* 2001 set;17(5):394-401.
23. Vieira, ALF, Zanella NLM, Bresciani E, Barata TJE, Silva SMB, Navarro MFL. Evaluation of glass ionomer sealants placed according to the ART approach in a community with high caries experience: 1-year follow-up. *J Appl Oral Sci* 2006 jul/ago;14(4):270-5.
24. International Standard Organization - ISO. *Dentistry-resin based filling materials - ISO 4049: 1988 (E)*. Geneva: ISO; 1988.