

ESTUDO DA LIBERAÇÃO CONTROLADA DE CLOREXIDINA EM RESINAS USADAS EM RESTAURAÇÃO DENTÁRIA

Luíza Fernanda Kozaen Souza (PIBIC/CNPq/FA/Uem), Emerson Marcelo Giroto (Orientador), e-mail: ra115931@uem.br; emgiroto@uem.br.

Universidade Estadual de Maringá / Centro de Ciências Exatas e da Terra/Maringá, PR.

Área e subárea do conhecimento: Química/Química Inorgânica

Palavras-chave: Resinas odontológicas; liberação controlada; Agente bactericida.

Resumo:

As resinas odontológicas de boa qualidade têm duração de quatro anos e somente certas marcas importadas cumprem a função de liberação de flúor ou de um agente bactericida. O objetivo deste trabalho foi sintetizar compósitos que permaneçam no ambiente oral com a liberação controlada de clorexidina, que é um agente bactericida à temperatura ambiente, como uma tecnologia nacional de alta qualidade e de preço acessível à população. O método de detecção da clorexidina contida nas resinas odontológicas foi através da cromatografia gasosa com detector de captura de elétrons (CG-ECD). Os resultados da liberação no período de 7 dias indicaram sinais relacionados ao solvente, à composição das resinas, e baixa quantidade do agente bactericida, o que indica a eficiência do material, uma vez que, em altas quantidades o agente bactericida pode provocar complicações para o uso desses compósitos.

Introdução

As resinas odontológicas de boa qualidade têm duração de quatro anos e somente algumas marcas importadas cumprem a função de liberação de um agente bactericida. Por isso, uma tecnologia avançada de origem nacional para as resinas restauradoras deve ser buscada afim de alcançar a grande população. A clorexidina é bastante usada como padrão de prevenção de formação de placa e desenvolvimento de gengivite em enxaguantes bucais, demonstra efetividade em tratamentos odontológicos e aumento na durabilidade de resinas. Entretanto, seu uso pode causar coloração extrínseca dos dentes, perturbação dos gostos do paladar e mudanças de sensibilidade na língua, por isso o controle de sua concentração é essencial. Para análise qualitativa e quantitativa da resina, é utilizada a cromatografia gasosa (CG) com detector de captura de elétrons (ECD). Todavia, a clorexidina possui muitos grupos amins fazendo com que sua análise na cromatografia gasosa possa gerar picos assimétricos, por isso a derivatização por silição é necessária para auxiliar nessa simetria (FOWLIS, 1995).

Materiais e métodos

Os reagentes usados na formulação da fase orgânica das resinas restauradoras foram de procedência Sigma-Aldrich: Bisfenol A Glicidilmetacrilato - Bis-GMA; Hidroxietilmetacrilato – HEMA; Tetraetileno Glicol Dimetacrilato – TEGDMA; Canforoquinona – CQ; Dimetilaminoetilmetacrilato – DMAEMA. As clorexidinas utilizadas foram a Aldrich de base 98% e a InLab 99% Confiança da Alamar Tecno-Científica de base 99,5%. As cargas inorgânicas foram a Fumed Silica (vidro odontológico) de 0,7 μm e 6% silane MEMO, e o Aerosil 0x50 silanizado 10% de 40 nm MEMO. O solvente utilizado da Honeywell foi o acetato de etila grau HPLC. O meio de liberação aplicado da Éxodo Científica foi o diclorometano de base 99,5%. O derivatizante foi o Bis-(trimetilsilil)-acetamida – BSA Sigma-Aldrich de grau de síntese $\geq 99,5\%$. O outro derivatizante usado foi o BSTFA para verificar a derivatização com testes.

A resina odontológica foi dividida em quatro grupos com quantidade de clorexidina definida. As porcentagens dos monômeros em massa foram de 30% da fase orgânica, distribuída na proporção de 70% de Bis-GMA e 30% em TEGDMA. Nos 70% da mistura Bis-GMA foram adicionados HEMA com as diferentes porcentagens de clorexidina, ocasionando a diminuição da concentração da mistura bisGMA. O foto-iniciador CQ e o co-iniciador DMAEMA foram fixados em 1,0% da massa total dos monômeros. A matriz orgânica foi incorporada à fase inorgânica que obedece à concentração em relação à massa total dos monômeros de 30% conforme literatura (GEDALIAS, 2017).

Os corpos de prova foram fotopolimerizados, com luz de LED (light emission diode) utilizando um equipamento manual com SDI/Austrália modelo Radii-e e com potência máxima de até 1200 mW/cm². A polimerização foi de tempo total de 180 s, sendo equivalente a 3 pulsos de 60 s consecutivos com a menor distância possível entre o fotoativador e o material. Os corpos de prova foram acomodados em frascos opacos para cada grupo da resina dentária e cobertos com papel alumínio.

Para avaliar a liberação do agente bactericida, foram utilizados frascos de vidro em Banho Maria Dubnoff com temperatura ambiente de 28°C sem agitação. Os quatro grupos de diferentes concentrações do agente bactericida das resinas foram submetidos a diferentes tempos em 20,00 mL de diclorometano. Na etapa seguinte removeu-se a resina e a solução foi rota evaporada à 30°C e de 80-100 rpm por ca. 10-15 min. Posteriormente, lavou-se o balão diversas vezes com acetato de etila grau HPLC e o solvente de lavagem foi transferido para um balão volumétrico de 10,00 mL. O processo de sililação ocorreu por um período de 3 h em chapa de aquecimento a 50°C, mesma temperatura que ocorreu a inserção de 0,5 μL BSA. Posteriormente, o material foi deixado a temperatura ambiente por 24 h. A identificação dos compostos orgânicos halogenados se deu através de um cromatógrafo gasoso (Agilent) com detector de ECD e injetor

automático, e para tanto, utilizou-se 1,00 µL da amostra. Gás de arraste utilizado foi Hélio (99,995%), fluxo de 1 mL/min, pressão de 63,3 kPa e fluxo total de 24,8 mL/min. As injeções foram realizadas em modo Split na razão de 1:20. A coluna utilizada é da marca Agilent, HP5-MS (95% Dimethyl Polysiloxane, (5%-Phenyl)-methylpolysiloxane), comprimento de 30,0 m, diâmetro interno de 0,25 mm ID e espessura do filme de 0,25 µm. Temperatura inicial do forno é de 120°C, com taxa de aquecimento de 8°C/min, até 240°C, permanecendo nessa temperatura por 5 min. As temperaturas do injetor e do detector foram de 240°C e 250°C, respectivamente.

Resultados e Discussão

Os materiais obtidos foram submetidos às análises de liberação, e os resultados foram monitorados por CG-ECD, sendo que os mais expressivos, são apresentados na Tabela 1.

Tabela 1. Tempos de retenção e intensidade de sinal do grupo de cada resina.

Grupo	Tempo de retenção	Intensidade de sinal
I	3,732	293.375
	8,092	26.422
	8,366	267.185
	14,288	6.108
	14,488	6.044
II	3,727	108.693
	4,573	510
	5,056	2.631
	8,089	10.846
	8,357	107.429
	14,277	7.047
III	14,474	4.470
	3,712	70.025
	4,572	581
	5,049	3.829
	8,092	4.444
	8,350	249.642
IV	14,257	9.037
	14,461	22.380
	3,698	152.041
	4,571	713
	5,063	40.247
	8,092	2.619
	8,349	211.550
	14,270	5.821
	14,458	1.857

Os resultados indicam os tempos de retenção dos materiais submetidos às liberações. O tempo de retenção de 3,7 min pode ser correlacionado ao solvente acetato de etila. Os tempos de 8,1 min, 8,4 min, 14,3 min e 14,5 min, são observados em ambos os Grupos, podendo ter inferência à um

componente do polímero. Nos Grupos II, III e IV, o tempo de retenção de 4,5 min foi observado com intensidade de sinal baixa, porém, pode ser inferido como sendo o tempo de 4,472 min da clorexidina derivatizada, além disso, foi observado um aumento da intensidade do sinal conforme aumenta a concentração do agente bactericida na resina. O valor baixo observado para a clorexidina indica que a liberação do agente bactericida pode não ser tão alta a ponto de provocar complicações no paladar, sendo este um resultado promissor para o experimento. No tempo de retenção de 5,1 min, não foi observada leitura para o Grupo I, mas em baixas quantidades nos demais grupos e aumentando sua intensidade de sinal conforme se aumenta a concentração da clorexidina do grupo correspondente. Vale ressaltar, que não se pode inferir diretamente seu aumento ao agente bactericida ou ao BSA apenas pelo tempo de retenção não correspondente a nenhum desses componentes. Variações da intensidade de sinal para os tempos que aparecem em ambos os grupos podem ser devido a erros causados por possível perdas do analito.

Conclusões

Os estudos experimentais indicam que o composto de interesse foi obtido e a clorexidina teve sua liberação de forma lenta e detectável, a partir de Cromatografia Gasosa com detector ECD com o uso do derivatizante BSA. Os tempos de retenção do solvente e da clorexidina são apontadas respectivamente como 3,722 min e 4,472 min pela replicabilidade dos resultados. Nas análises de liberação da resina odontológica para o período de 7 dias, o tempo de retenção do solvente foi verificado. Para os tempos de 8,1 min, 8,4 min, 14,3 min e 14,5 min, repetiam-se em todos os grupos em diferentes intensidades de sinais, indicando uma possível liberação de um componente do polímero. No tempo de 4,5 min, foi observado um sinal discreto, tendo correlação à presença da clorexidina pela sua ausência no Grupo I sem o agente bactericida e pelo aumento da intensidade de sinal conforme sua concentração aumentava.

Agradecimentos

Os autores agradecem ao CNPq, CAPES e Fundação Araucária pela bolsa concedida, ao programa de Iniciação Científica, à COMCAP/UEM pelas análises, ao Laboratório de Química de Materiais e Sensores do Departamento de Química e ao Prof. Dr. Emerson Marcelo Giroto pela orientação.

Referências

FOWLIS, I., Gas Chromatography, 2. Edição, ACOL (Analytical Chemistry by Open Learning), Newcastle, 1995. p.158-177, 178-181, 194-198.
GEDALIAS, M., Pfeifer, C., Giroto, E., Materials Science and Engineering C (Journal Elsevier), Novel urethane-based polymer for dental applications with decreased monomer leaching, Maringá, 2017.