



UNIVERSIDADE FEDERAL DO ACRE – UFAC
PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO - PPG
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO, CIÊNCIA, INOVAÇÃO E
TECNOLOGIA PARA A AMAZÔNIA - CITA



ANÁLISE DAS PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS DO
ÓLEO-RESINA DE COPAÍBA (*Copaifera paupera*) Herzog
Dwyer ASSOCIADO AO AGREGADO TRIÓXIDO MINERAL

RAMON DE MENDONÇA CORREIA

RIO BRANCO - AC
FEVEREIRO/2017

RAMON DE MENDONÇA CORREIA

**ANÁLISE DAS PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS DO
ÓLEO-RESINA DE COPAÍBA (*Copaifera paupera*) Herzog
Dwyer ASSOCIADO AO AGREGADO TRIÓXIDO MINERAL**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-graduação em Ciência, Inovação e Tecnologia para a Amazônia, da Universidade Federal do Acre, como requisito parcial para obtenção do grau de **Mestre em Ciências e Inovação Tecnológica**.

Orientador: DR. FERNANDO SÉRGIO ESCÓCIO DRUMMOND VIANA DE FARIA.

RIO BRANCO - AC

FEVEREIRO/2017

Ficha catalográfica elaborada pela Biblioteca Central da UFAC

C824a Correia, Ramon de Mendonça, 1984-

Análise das propriedades físico-químicas do óleo-resina de copaíba (*copaifera paupera*) herzog dwyer associado ao agregado trióxido mineral / Ramon de Mendonça Correia. – 2017.

44 f.: il.; 30 cm.

Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal do Acre, Programa de Pós-Graduação, Ciência, Inovação e Tecnologia para a Amazônia - CITA. Rio Branco, 2017.

Inclui referências bibliográfica e anexos.

Orientador: Prof. Dr. Fernando Sérgio Escócio Drummond Viana de

UNIVERSIDADE FEDERAL DO ACRE – UFAC
PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO - PPG
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO, CIÊNCIA, INOVAÇÃO E TECNOLOGIA
PARA A AMAZÔNIA – CITA

**ANÁLISE DAS PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS DO ÓLEO-
RESINA DE COPAÍBA (*Copaifera paupera*) Herzog Dwyer ASSOCIADO
AO AGREGADO TRIÓXIDO MINERAL.**

RAMON DE MENDONÇA CORREIA

DISSERTAÇÃO APROVADA EM: ____/____/____.

DR. FERNANDO SÉRGIO ESCÓCIO DRUMMOND VIANA DE FARIA
UNIVERSIDADE FEDERAL DO ACRE

DR. RICARDO DA COSTA ROCHA
UNIVERSIDADE FEDERAL DO ACRE

DR. MOISES FRANCO BARBOSA DA SILVA
FACULDADE META

AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus por tudo que tens feito por mim. Por fazer infinitamente mais do que tudo o quanto pedi ou pensei conforme o seu poder que opera em mim. A Ele a glória, hoje e sempre. Amém.

Agradeço, especialmente à minha família que me apoiou por toda minha carreira acadêmica. Esse trabalho representa o passaporte para continuação dessa carreira, o Doutorado.

Agradeço a minha mãe Zuila de Mendonça Correia que sempre me incentivou e me deu condições pra essa conquista. Agradeço, a minha amada esposa, Sandy Honorato Rocha Mendonça por dispensar mais que apoio, foi peça fundamental nessa conquista com toda a sua paciência e devoção a mim. Ao meu amado filho, Davi Honorato Mendonça por compreender que muitas vezes tive que abrir mão do convívio direto com ele para me dedicar a pesquisa. Ao pequeno Tito Honorato Mendonça que chegou para me dar ânimo em prosseguir.

Agradeço ao meu orientador, professor Doutor Fernando Escócio por ter se disponibilizado e pacientemente me corrigido, muito obrigado.

Agradeço à Universidade Federal do Acre, por ter aberto as portas para a realização do sonho de cursar o mestrado acadêmico, e assim, me proporcionar oportunidades melhores de trabalho.

Agradeço a Faculdade Meta, por ter sido um empregador compreensivo e ter sido uma entidade parceira para a realização dessa pesquisa. Ao laboratório de análises onde foram realizados os testes com o meu grande amigo Robson Fugihara.

Aos meus colegas de trabalho, que me ajudaram e apoiaram com minhas dificuldades, professor Moisés Franco, Adem Nagibe, Nathocley Mendes, Márcia Teixeira. Essa conquista é tão minha quanto de vocês.

Agradeço de coração ao meu chefe Rutênio Sá da Secretaria Estadual de Saúde do Acre por ter flexibilizado minha jornada de trabalho para assim eu participar das programações do mestrado, foi peça fundamental na obtenção desse título.

Agradeço aos meus alunos que me incentivaram e apoiaram, e que todo esse processo de qualificação é para o bem do aluno, sempre buscando ferramentas inovadoras no processo ensino-aprendizagem, obrigado por me fazerem um professor realizado.

Finalmente agradeço a banca examinadora por ter se colocado a disposição para que finalmente esse sonho se concretizasse.

RESUMO

O Mineral Trióxido Agregado (MTA) é amplamente utilizado na prática odontológica, e tem aplicação clínica com propriedades regeneradoras. O óleo-resina de copaíba já é utilizado em pesquisas científicas na Odontologia e tem se mostrado eficiente, logo sua principal característica é a sua aplicabilidade clínica. O objetivo dessa pesquisa foi avaliar o tempo de presa, potencial hidrogeniônico e solubilidade do MTA puro e associado ao óleo-resina de copaíba em diferentes proporções. A especificação da American Dental Association (ADA) número 57 foi seguida para avaliar o tempo de presa. A solubilidade foi avaliada segundo especificações International Organization for Standardization (ISO) 6.876/2.001. A aferição do pH foi determinada a partir da utilização de peagâmetro digital de bancada. Os testes foram realizados em triplicata e distribuídos em blocos de acordo com a proporção de água destilada e óleo-resina de copaíba. Bloco controle (utilizando somente água destilada), bloco de diluição 50/50 (metade água destilada e metade óleo-resina de copaíba), bloco de diluição 75/25 (utilizando um quarto de óleo-resina de copaíba) e bloco de diluição 87,5/12,5 (utilizando um oitavo de óleo-resina de copaíba). Os testes utilizando exclusivamente óleo-resina de copaíba não obtiveram resultados relevantes para a pesquisa. Não houve diferença significativa entre os elementos do mesmo bloco, porém há notada diferença quando comparados os blocos e diluições. O óleo-resina de copaíba pode ser empregado com o MTA desde que respeitada as diluições com o veículo designado pelo fabricante, a água destilada.

Palavras-chave: Agregado Trióxido Mineral. Biomateriais. Óleo-Resina de Copaíba.

ABSTRACT

The Mineral Trioxide Aggregate (MTA) is widely used in odontological practice, and has clinical appliance with regenerative properties. The copaiba oil-resine is already used in scientific researches in Odontology and has been shown as efficient, which makes the clinical appliance its main characteristic. The goal of this research was to evaluate the hurried time, hydrogenionic potential, and solubility of MTA pure and associated to copaiba oil-resine in different proportions. The American Dental Association (ADA) number 57 specification was followed in order to evaluate the hurried time. The solubility was evaluated according to specifications on International Organization for Standardization (ISO) 6.876/2.001. The pH measurement was determined by the use of a tabled digital pH meter. The tests were made triplicated and distributed in blocks according to the proportion of distilled water and copaiba oil-resine. Control block (using only distilled water), dilution block 50/50 (half distilled water and half copaiba oil-resine), dilution block 75/25 (using a quarter of copaiba oil-resine) and dilution block 87,5/12,5 (using one eighth of copaiba oil-resine). The tests using exclusively copaiba oil-resine did not reached relevant results for the research. There was no significant difference between the elements of the same block, however there is noted difference when compared the blocks and dilutions. The copaiba oil-resine can be used along with MTA since respected the dilutions with the vehicle designed by the manufacturer, the distilled water.

Key-words: Mineral Trioxide Aggregate. Biomaterials. Copaiba Oil-Resine.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Área da Floresta Nacional do Macauã. Fonte: ICMBio	24
Figura 2 - Gráfico ilustrativo do tempo de presa dos blocos de diluições.....	287
Figura 3 - Proporções de pH.....	31
Figura 4 - Materiais utilizados nos testes laboratoriais. A. Fabricação, validade e lote do MTA; B. Espatulação da amostra; C. Amostra inserida na placa de Kline.....	35
Figura 5 - Materiais utilizados nos testes laboratoriais. A. Embalagem de MTA; B. Frasco de Água Destilada; C. Estufa Aberta; D. Estufa Fechada; E. Balança Analítica de Bancada; F. Peagâmetro Digital.	36

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Organização dos dados.....	23
Tabela 2 - Desvio-padrão dos blocos de diluição no teste do tempo de presa.....	27
Tabela 3 - Desvio-padrão dos blocos de diluição no teste de pH.....	28
Tabela 4 - Análise de Variância dos Tratamentos entre os blocos.....	29
Tabela 5 - Teste de comparação entre as médias dos blocos de diluição (Teste de Tukey)....	30
Tabela 6 - Análise de variância (ANOVA) entre os blocos de diluição quando comparados os valores do pH.....	32
Tabela 7 - Valores referentes ao primeiro bloco controle positivo.	33
Tabela 8 – Valores referentes ao primeiro bloco de diluição.	34
Tabela 9 - Valores referentes ao segundo bloco de diluição.	34
Tabela 10 - Valores referentes ao terceiro bloco de diluição	34

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	112
2. REFERENCIAL TEÓRICO	13
2.1 ÓLEO-RESINA DE COPAÍBA	13
2.2 AGREGADO DE TRIÓXIDO MINERAL (MTA)	16
3. MATERIAL E MÉTODOS	21
3.1 PESQUISA BIBLIOGRÁFICA	21
3.2 TESTES LABORATORIAIS	210
3.3 ANÁLISE DE DADOS	26
4. RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	27
4.1 TEMPO DE PRESA	27
4.2 POTENCIAL HIDROGENIÔNICO DA SOLUÇÃO	31
4.3 SOLUBILIDADE	33
5. CONSIDERAÇÕES FINAIS.....	37
6. REFERÊNCIAS.....	38
ANEXOS – LAUDO DA COPAÍBA	43

1. INTRODUÇÃO

A odontologia visa a restauração e manutenção do sistema estomatognático em plenas condições de bem-estar e saúde. De maneira que os elementos dentários assumem papel fundamental no processo de digestão. Logo, cada dente tem forma e tamanho variável, e a perda de qualquer um destes elementos comprometeria todo o funcionamento do organismo (PETROVIC; STEFANOVIC, 2009).

A endodontia é o ramo da odontologia que visa o restabelecimento dos elementos que tem sua vitalidade comprometida, proporcionando condições de reparo. A causa varia desde a invasão de agentes agressores de natureza biológica levando à infecção focal até traumas e/ou sintomatologia dolorosa desencadeando mecanismos de resposta inflamatória na estrutura agredida (ESPÍNDOLA et al. 2002; FERRARI, 2002; MJÖR, 2002).

O cimento odontológico Mineral Trióxido Agregado (MTA) é amplamente utilizado nos casos onde há exposição da anatomia interna dental em comunicação com tecidos circunjacentes, o periodonto, afim de viabilizar o tratamento endodôntico convencional ou ser utilizado quando tal tratamento não for eficiente, lançando mão da técnica da cirurgia parentodôntica com obturação retrógrada. Tem a finalidade de conter infecção e inflamação, formando uma barreira entre dente e periodonto que são os tecidos responsáveis pela sustentação do elemento dentário, de forma a apresentar aderência à dentina para impedir penetração de microrganismos. Embora sua manipulação seja simples, o composto origina desenvolvimento de tecido dentinário e se mostra biocompatível e bioestimulador, tornando-se apropriado para a modulação da resposta do tecido pulpar frente à agressão (MODENA et al., 2009; FERRACANE et al., 2010; KOMABAYASHI; ZHU, 2010).

A copaíba tem sido descrita ao longo da história científica com papel importante nas diversas aplicações clínicas, e de amplo uso popular dentre os habitantes da região amazônica. Levando em consideração a biodiversidade dessa região, ressalta-se o óleo-resina de copaíba que tem sido utilizado no decorrer de alguns anos pela comunidade, devido suas características medicinais, anti-inflamatórias, cicatrizantes, potencialidade antisséptica e analgésica (VEIGA JUNIOR; PINTO, 2002; VEIGA JUNIOR et al., 2007; LEANDRO et al., 2012). Deste modo, ele seria um material recomendado para potencializar os efeitos do MTA, visto que esse tem como propriedade fundamental a regeneração tecidual dentária (KOMABAYASHI; ZHU, 2010).

Como forma de viabilizar a aplicação de ambos compostos de modo a potencializar seus efeitos , esse trabalho tem por objetivo analisar algumas propriedades físico-químicas a partir da associação do óleo-resina de copaíba (*Copaifera paupera*) Herzog Dwyer ao Agregado Trióxido Mineral (MTA).

2. REFERENCIAL TEÓRICO

2.1 ÓLEO-RESINA DE COPAÍBA

As plantas medicinais tem papel fundamental na busca de alternativas para o processo de cura, porém ressalta-se a necessidade de validação de suas aplicações por meio de estudos de comprovação clínica, além da constante atualização sobre as publicações científicas. Partindo desse pressuposto, compreende-se a importância de se abordar uma espécie que vem sendo descrita ao longo da história (SOUZA et al., 2004; PIRIZ et al., 2014).

Na Amazônia, dentre as inúmeras espécies vegetais da flora brasileira com ação medicinal, e que apresentam substâncias químicas biologicamente ativas, há uma planta de vasto uso popular que se destaca devido as inúmeras possibilidades de aplicação, a copaíba. A origem do nome copaíba advém do tupi “cupa-yba”, a árvore de depósito (VEIGA JUNIOR; PINTO, 2002).

Historicamente, o óleo resinoso da copaíba foi citado pelo padre jesuíta José Acosta em 1792 em correspondência enviada ao Papa Leão X, enquanto mencionava as espécies de copaibas das Índias por volta do ano de 1534. A utilização deste óleo baseava-se na observação do comportamento dos animais feridos, enquanto esfregavam-se nos troncos das copaibeiras afim de aliviar suas chagas. Os indígenas também aplicavam o óleo resinoso de copaíba em seus corpos para curar eventuais ferimentos de combate, além de aplicarem no umbigo de recém-nascidos para induzirem à cicatrização (LIMA, 2012).

As copaibeiras podem ser encontradas na Floresta Amazônica, região Centro-Oeste, região nordeste do Brasil, e no Estado de Santa Catarina, incluindo países dos Andes, como a Venezuela e Colômbia, além de países como Congo, Camarões, Guiné e Angola, localizados na África Ocidental. O gênero *Copaifera* pode viver de 200 a 400 anos, compreende diversas espécies produtoras de um óleo-resina extraído do tronco das árvores de grande porte, a partir de seu sistema de canais secretores (xilema e floema). Essas árvores podem atingir até 40 metros de altura e diâmetro de até 4 metros (VEIGA JÚNIOR; PINTO, 2002; LIMA, 2012).

No século XVI há os primeiros relatos sobre o uso terapêutico da copaíba, descritos por MarcGrave e Piso. Jacquin identificou outro tipo que chamou de *Copaiva officinallis Jacq* em 1760, porém em pesquisa botânica feita em 1825 por Hyne juntamente com o pesquisador Von Martius, pode-se conhecer oito novas espécies. A farmacopéia Medicinalis classifica o gênero *Copaifera*, pertencente à subfamília Caesalpinoideae, família Leguminosae, subordem Dicotiledônea, ordem Angiosperma, classe Pteridophytae e reino Plantae. Este

gênero apresenta 16 espécies ocorrentes no Brasil das quais apenas quatro ocorrem na região Norte, onde o óleo de copaíba é amplamente comercializado e utilizado na medicina popular (ANDRADE JR. et al., 2000; CASCON; GILBERT, 2000; VEIGA JR.; PINTO, 2002; LIMA, 2012).

O óleo de copaíba é um óleo-resina, produto exsudato, originário da desintoxicação do organismo vegetal e funciona como defesa da planta contra animais, fungos e bactérias (MACIEL et al., 2002; VEIGA JUNIOR; PINTO, 2002). Popularmente é conhecida como copaibeira ou pau d'óleo e apresenta uma variedade de espécies dentre as que se destacam na Amazônia são: *Copaifera officinalis* L., *Copaifera reticulada* Ducke, *Copaifera multijuga* Hayne e *Copaifera paupera* Herzog Dwyer (VEIGA JUNIOR; PINTO, 2002; PIERI et al., 2009; MARTINS et al., 2010).

A designação correta para o óleo de copaíba é a de óleo-resina de copaíba, podendo assumir outros sinônimos, como: copaíba, copaíba-amarela, copaíba-branca e copaíba-preta. O óleo de copaíba é composto por dois grupos de substâncias distintas e solúveis entre si. Sendo o primeiro essencialmente de substâncias voláteis correspondendo a cerca de 90% da massa do óleo, e o segundo grupo constituído de substâncias não voláteis de cor caramelo que começa a ser decomposto à temperatura próxima de 300 °C, e que corresponde a 10% da massa total do óleo-resina (VEIGA JÚNIOR, 2007).

O óleo-resina é caracterizado por um exsudado constituído de uma parte sólida, resinosa não-volátil de ácidos diterpênicos (46,9%) e a outra parte formada por óleo essencial de hidrocarbonetos e alcoóis sesquiterpênicos (53%). Esses compostos são potencialmente importantes como fonte de princípios ativos em farmacologia, tendo como principal atividade a ação anti-inflamatória, cicatrizante, além de efeitos antissépticos e analgésicos (VEIGA JUNIOR; PINTO, 2002; VEIGA JUNIOR et al., 2007; LEANDRO et al., 2012).

Estudos tem apontado grande potencial da copaíba como agente antimicrobiano, antineoplásico e anti-inflamatório. Essas propriedades são características observadas nos principais sesquiterpenos de sua composição química, o beta cariophileno que é citado como tendo ação anti-inflamatória, antibacteriana, antifúngica e antiedêmica, e o beta bisaboleno com ação anti-inflamatória e analgésica (OLIVEIRA et al. 2006; RAMOS, 2006).

O óleo-resina de copaíba tem sido tradicionalmente usado como cicatrizante e agente anti-inflamatório na medicina popular brasileira. Existem hoje descritas algumas dezenas de propriedades medicinais diferentes, que vem sendo em alguns casos comprovadas cientificamente e pela etno farmacologia como atividade antimicrobiana, anti-inflamatória,

antineoplásica e anti nociceptiva, entre outras (VEIGA JUNIOR; PINTO, 2002; LEANDRO et al., 2012).

A técnica de extração do óleo-resina de copaíba consiste na perfuração dupla do tronco com um trado de aproximadamente 2 centímetros de diâmetro no sentido horário, iniciando-se com um e caso não seja possível obter o produto, utilizar no máximo três furos. De maneira que todas as perfurações devem ser vedadas utilizando pedaços de galhos, para assim, evitar a entrada de insetos e acúmulo de água. As amostras das copaibeiras escolhidas para coleta, devem ter um diâmetro de 40 centímetros e medida de um metro e trinta centímetros a partir do chão. Ao encontrar o óleo-resina, deve-se encaixar o cano com mangueira e recipiente para coleta junto ao tronco, após a retirada do óleo deve ser feita a vedação para evitar extravazamento do mesmo (LEITE et al. 2001; RIGAMONTE-AZEVEDO et al. 2004).

Apesar da utilização da técnica correta para extração do óleo-resina de copaíba, nota-se que há o considerável decréscimo da quantidade de árvores produtivas e de volume do subproduto obtido em extrações sucessivas. (MARTINS et al., 2010).

Pieri et al. (2010, 2012), avaliaram a aderência de bactérias (*Streptococcus mutans*) formadoras de biofilme dental, em testes *in vitro* e *in vivo* (dentes de cães) e mostraram superioridade do óleo-resina de copaíba comparado com a clorexidina na terapia antimicrobiana oral.

Nos estudos de Souza et al. (2011) mostraram que o composto diperteno, especificamente o ácido copálico, presente na composição do óleo-resina de copaíba apresenta efeito bacteriostático para bactérias cariogênicas nas primeiras doze horas e efeito bactericida entre doze e vinte e quatro horas. Os estudos apresentaram esse mesmo efeito para bactérias anaeróbias da doença periodontal. O que mostra potencial no desenvolvimento de novos produtos para saúde oral à base de óleo-resina de copaíba.

A Odontologia é uma das áreas que tem pesquisado a utilização do óleo-resina de copaíba e a literatura aponta excelentes propriedades farmacológicas anti-inflamatória e ação reguladora para o excesso de inflamação patológica, que leva a preservação tecidual e facilita o processo regenerativo (VEIGA JUNIOR et al., 2007; LEANDRO et al., 2012).

2.2 AGREGADO DE TRIÓXIDO MINERAL (MTA)

Introduzido na Odontologia inicialmente por Torabinejad, o Mineral Trióxido Agregado (MTA) é um cimento odontológico para cirurgia endodôntica com a finalidade de ser usado como material selador de comunicações entre dente e o periodonto, foi desenvolvido na Universidade de Loma Linda nos Estados Unidos da América em 1993. Hoje é indicado em muitas situações clínicas como, capeamento pulpar direto (procedimento para proteção da polpa a fim de evitar ou retardar o tratamento endodôntico), devido propriedades físico-química bastante favoráveis para ação bioestimuladora deste material (TORABINEJAD; PARIROKH, 2010).

A cavidade oral é um ambiente com indiscutível volume e variedade de bactérias. Em estudos iniciais, Miller (1894) descobriu através de bacterioscopia que há a presença dos três principais tipos de bactérias, sendo elas: cocos, bacilos e espirilos. A partir dessa constatação, além de agentes irritantes físicos e químicos incluíram-se os agentes biológicos como causadores de patologias pulpares, esses tem a capacidade de preterir o processo patológico induzindo assim a uma resposta inflamatória por um período de tempo mais prolongado (ALVES, 2008).

As bactérias alcançam a polpa dentária desencadeando as patologias pulpares e perirradiculares, iniciando-se assim um processo inflamatório agudo e inespecífico. Apesar de se constatar a produção de anticorpos específicos contra patógenos endodônticos, esses não são eficazes, uma vez que o tecido dentário possui circulação sanguínea e drenagem linfática terminal, e não consegue neutralizar nem eliminar a ação do agente agressor (SIQUEIRA JÚNIOR; LOPES, 1999; ALVES, 2008).

O processo inflamatório instalado no tecido periapical pode apresentar características e intensidades variáveis, ao passo que essas patologias são induzidas por bactérias do biofilme bucal, pode haver comprometimento do periodonto por meio da comunicação com a polpa dentária, e estas, conduzidas pelos túbulos dentinários, levando perpetuação do processo patológico se não tratado. Apesar de todo armamentário tecnológico da Endodontia, 54,1% das apicectomias foram devido razões de sintomatologia dolorosa persistente em um estudo feito por Chandler e Koshy em 2002 quando avaliaram 392 casos de apicectomias. Além do tratamento endodôntico convencional, as apicectomias podem ser utilizadas quando não for possível remover o agente etiológico pela via endodôntica, recaindo na importância do MTA (ORSO; FILHO, 2006).

O sucesso do tratamento endodôntico está relacionado ao correto preparo do sistema de canais radiculares, agressão mínima aos tecidos vivos, impermeabilização e obturação/selamento hermético. Alguns fatores são preponderantes ao sucesso do tratamento endodôntico, como por exemplo, método de tratamento e obturação, habilidade do operador, dificuldades técnicas, recursos disponíveis e a própria anatomia pulpar individual de cada elemento dentário (ESPÍNDOLA et al. 2002).

Nota-se um grande investimento em instrumentos odontológicos para um aprimoramento da Endodontia, porém, ressalta-se a importância e necessidade de um maior conhecimento e opções de tratamento com relação aos aspectos biológicos inerentes aos procedimentos (ALVES, 2008).

Estima-se que o insucesso do tratamento endodôntico pode chegar até 21,1% dos casos, de acordo com estudo feito por Espíndola et al. (2002) quando avaliou 19 elementos dentários de pacientes submetidos a procedimentos na Clínica da Disciplina de Endodontia da Faculdade de Odontologia de Pernambuco. Os autores concluíram que de fato há diferença estatística significativa entre os percentuais de sucesso e insucesso de tratamentos endodônticos, e que essa diferença encontra apoio na literatura, no entanto o insucesso pode ser considerado em até cinco por cento dos casos (INGLE, 1961; GROSSMAN, 1983).

É consenso na literatura que para o selamento/obturaç o satisfat ria do sistema de canais radiculares,   necess rio que haja uma limpeza e modelagem correta pr vias de maneira tamb m eficientes. Em estudo realizado por Ingle e Taintor em 1985, revelou que as falhas relacionadas ao tratamento endod ntico pode estar relacionada a oblitera o incompleta do canal e devido perfura o da raiz (9,61%) (ESP NDOLA et al. 2002).

In meros trabalhos foram realizados com o Mineral Tri xido Agregado (MTA) comprovando a sua efetividade, corroborando assim a aceita o internacional do mesmo (CHACKO; KURIKOSE, 2006; GOMES-FILHO et.al., 2008; TORABINEJAD, 2010).

As caracter sticas qu micas e f sicas do MTA s o devido a presen a de seus componentes, silicato tric lcio, aluminato tric lcio,  xido tric lcio e  xido de silicato agregados a outros  xidos minerais (TORABINEJAD; WATSON; PITT FORD, 1993).

Quimicamente o MTA   formado principalmente por s lica e c lcio, e seu mecanismo de a o qu mica   semelhante ao do Hidr xido de C lcio (HOLLAND et al., 1999). Adicionalmente, o MTA tem boa capacidade seladora, o que dificulta a infiltra o marginal, tem baixa solubilidade e radiopacidade satisfat ria (ROBERTS et al., 2008; DAMMASCHKE et al., 2010; TORABINEJAD; PARIROKH, 2010; KHOURY, 2011).

O MTA está indicado nos casos de tratamentos conservadores da polpa dentária, tratamentos de apicigênese e apicificação. Pode ser utilizado como material selador de perfurações resultantes de reabsorções internas e externas comunicantes, cimento obturador de sistemas de canais radiculares de dentes decíduos e permanentes, reparador de fraturas radiculares verticais e horizontais, e como *plug* apical. A capacidade de formação de tecido mineralizado do MTA pode ser atribuída à sua habilidade de selamento, biocompatibilidade, alcalinidade ou, até mesmo, por outras propriedades a ele associadas (ORSO; FILHO, 2006).

Nair et al. (2008) ressaltaram com base nos resultados de estudo clínico randomizado que o MTA deve ser considerado o mais novo padrão-ouro para tratamento o de capeamento pulpar. Encontra-se atualmente disponível no mercado odontológico sob os nomes comerciais de MTA ProRoot® (Dentsply) e Ângelus MTA® (Ângelus), ambos com características físico-químicas e biológicas semelhantes.

Zanettini e Zanentini (2004) avaliaram 41 elementos dentários em 35 pacientes com tratamento endodôntico em lesões periapicais nos quais não obtiveram sucesso no tratamento endodôntico convencional. A técnica avaliada era utilizando o Mineral Trióxido Agregado (MTA) como material retrobturador, ou seja, com preparo endodôntico a partir do forame apical (ápice dentário). Foram considerados casos clínicos com sucesso nesse tipo de procedimento o percentual de 90,2%, o que é tido como uma taxa elevada. O restante foi considerado como incerto e/ou insucesso. Concluiu-se que o Mineral Trióxido Agregado como material de obturação retrógrada apresenta excelentes resultados em lesões do periápice.

Uma das indicações do MTA é para perfurações dentárias, essas que podem ocorrer devido iatrogenia (incorreta direção de trepanação, desgaste dentinário excessivo, uso inadvertido de instrumentos) ou até mesmo por lesões cariosas que avançam em direção a comunicação do periodonto, além de procedimentos restauradores pós-endodontia, como é o caso da utilização de pinos retentores intrarradiculares). No entanto, essas são as principais causas de insucesso no tratamento endodôntico quando da incorreta condução do caso clínico (KETTERING; TORABINEJAD, 1995; SALLES et al. 2000).

O material ideal deve conter algumas características como: ser biocompatível, radiopacidade aceitável, não ser reabsorvível e que promova um selamento adequado dessa comunicação, além de ser indutor de osteogênese e cementogênese e não ser potencialmente carcinogênico. No intuito de suprir essa necessidade vários materiais vêm sendo utilizados, como é o caso do amálgama de prata, hidróxido de cálcio, ionômero de vidro, cimento de

óxido de zinco e eugenol, Cavit e o MTA que hoje é considerado o que melhor atende essas necessidades (PÁTTARO et al. 2004).

3. MATERIAL E MÉTODOS

3.1 PESQUISA BIBLIOGRÁFICA

Os dados que compõem a parte teórica foram adquiridos por meio da seleção de artigos da literatura nacional e internacional indexados nas bases de dados *Web of Science*, Pubmed, Bireme e Scielo. Entretanto, para o refinamento adequado da pesquisa, foi definida uma amostra, obedecendo aos seguintes critérios de inclusão:

- a) Artigos publicados em português, espanhol e inglês;
- b) Artigos que abordaram a temática agregado trióxido mineral (MTA), óleo-resina de copaíba e biomateriais;
- c) Artigos científicos que não disponibilizam apenas os resumos.

Foram excluídos artigos, manuais e livros que não condiziam com o objetivo geral; que não tratam a relevância exigida pelos objetivos expostos, e com a data de publicação inferior à 1993.

A partir destes artigos, teses e monografias os quais foram localizados nas bases de dados e baixados na versão completa na “*Scientific electronic library online*” (Scielo) e revistas eletrônicas foi realizada uma leitura minuciosa e grifa de partes importantes para o desenvolvimento do presente estudo, a qual teve como objetivo realizar uma triagem entre os artigos e materiais baixados.

3.2 TESTES LABORATORIAIS

- Tempo de presa: a determinação do tempo de presa dos cimentos foi realizada de acordo com a especificação número 57 da American Dental Association (ADA) (COSTA et.al., 2014).

O teste laboratorial do tempo de presa foi realizado utilizando a placa de vidro e espátula 24 metálica para espatulação, além de água destilada, óleo-resina de copaíba, pipeta graduada, cronômetro digital e agulhas. Após verter o conteúdo do sachê (0,14g) na placa de vidro, foi adicionado o diluente e iniciado o processo de espatulação, tendo esse intervalo como o tempo de trabalho.

A mensuração da quantidade de diluente foi feita colocando-se o conteúdo de óleo-resina de copaíba no frasco vazio de água destilada e aplicando sobre a placa de vidro, em seguida realizou-se a pipetagem com o auxílio da pipeta graduada. A partir disso obteve-se um valor cujo foi corroborado com o mesmo processo porém utilizando-se o frasco do fabricante com o volume original de água destilada.

A constatação da quantidade aproximada de diluente necessária para a espatulação do conteúdo em pó do sachê foi fundamental no planejamento das diluições de água destilada e óleo-resina de copaíba, tendo como teste controle positivo a diluição feita somente com água destilada. A diluição do conteúdo em pó feito somente com óleo-resina de copaíba (bloco controle negativo) também foi eficiente para a condução das demais diluições e associações.

As amostras foram distribuídas em três blocos com as respectivas concentrações de óleo-resina de copaíba: 50%, 25% e 12,5% do volume total do diluente, e o restante utilizando água destilada. Independente da concentração dos diluentes eles foram associados antes de serem aplicados à placa de vidro, considerado assim uma única solução diluente.

Os testes foram feitos em triplicata para assim consolidar o processo científico e contemplar a quantidade de análises estatísticas de maneira satisfatória. Sendo descartada a amostra em que houve perda expressiva da substância por questões externas, como por exemplo a abertura incorreta do sachê ou mesmo quantidade de diluente acima do esperado quando aplicado na placa. A sala foi mantida em temperatura ambiente (23 °C) com variação de 5% de umidade relativa do ar.

O processo de espatulação foi feito seguindo a recomendação do fabricante dividindo o conteúdo de pó em duas porções, em seguida, foi adicionado o diluente ao lado de ambas porções. Inicialmente sendo espatulado a primeira porção com uma gota, e após tomar consistência fluída sendo incrementado a outra metade da porção do pó ao líquido. O processo se deu exclusivamente por espatulação dos componentes até que estes tomassem uma consistência semi-sólida arenosa.

Apesar de a coloração do conteúdo em pó do sachê ser caracteristicamente branca (opaca), nota-se que após a incrementação do conteúdo líquido este assume um aspecto amarelo, com leve variação de tonalidade clara, média, chegando a se tornar escura quando houve maior concentração dos componentes do diluente.

O tempo de espatulação ou tempo de trabalho é considerado como o intervalo em que o material começou a ser espatulado, ou seja, houve a incrementação de pó ao líquido até o momento em que este assume o aspecto fluído arenoso e não houve mais qualquer outro tipo

de manipulação dos componentes, sendo considerado assim o início da contagem do tempo de presa.

O tempo de presa foi mensurado a partir da ausência de espatulação, dando início pela sua consistência de característica arenosa, seguido pela solidificação de seus componentes. A aferição da consistência foi feita com agulhas a cada trinta segundos sob leve pressão digital, e foi considerado como tempo final quando a amostra apresentava-se compactada e a agulha não penetrava nas amostras.

O tempo de presa foi mensurado a partir da manipulação dos componentes, água destilada, óleo-resina de copaíba e MTA, com auxílio de espátula metálica, placa de vidro e posteriormente transferido para placa de Kline. Foi considerado o tempo inicial a partir do momento em que se obteve uma consistência arenosa, o tempo de presa final foi determinado quando à amostra apresentou uma estrutura mais compactada e não era possível perceber a penetração da agulha.

A tabela 1 demonstra como foram esquematizados os resultados com relação às amostras. Considerando a quantidade de diluente para a reação com a quantidade de cimento no sachê (0,14g de MTA). O diluente serve como agente ativador da composição do Agregado Trióxido Mineral (MTA).

Tabela 1 - Organização dos Dados.

Proporção	Tempo de Presa	pH da Solução	Solubilidade
100% AD – Controle	15		
50% OC + 50% AD			
25% OC + 75% AD			
12,5% OC + 87,5% AD			
100% OC			

Legenda:

OC: Óleo Copaíba

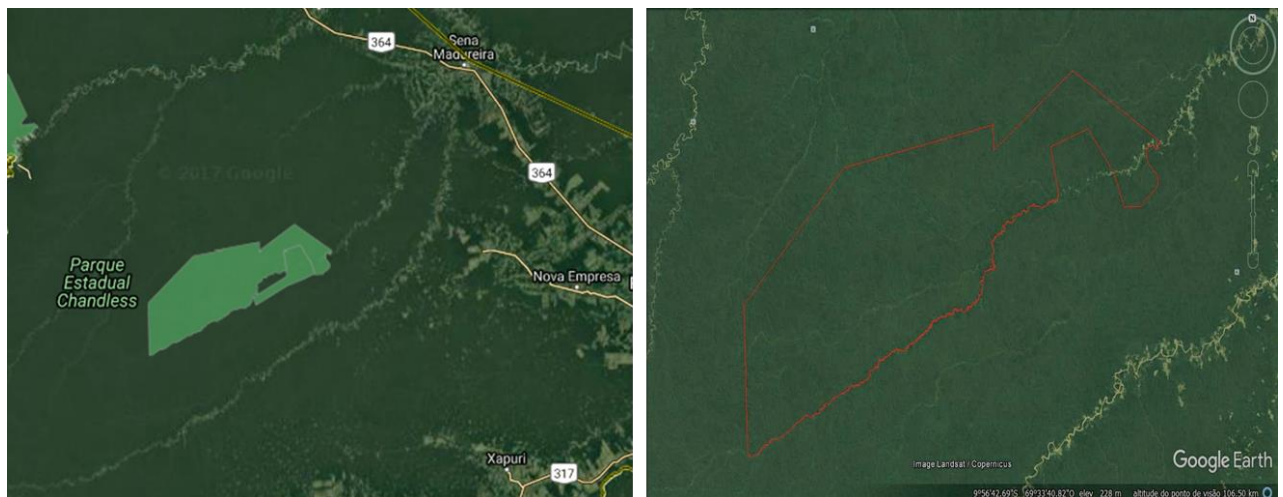
AD: Água Destilada

As amostras da copaíba (*Copaifera paupera*) Herzog Dwyer foram cedidas pela empresa Fundação de tecnologia do Estado do Acre (FUNTAC). De acordo com o relatório

de ensaios nº 04/12, as amostras de óleo-resina de copaíba apresentaram um controle de qualidade físico-químico satisfatório com o lote: 974/03/12. Em anexo encontra-se o laudo técnico datado e assinado.

As amostras de óleo-resina de copaíba foram extraídas da Floresta Nacional do Macauã (Flona) localizada no rio Macauã, no município de Sena Madureira/Acre nas seguintes coordenadas geográficas: $-9^{\circ}54'30.71''S$ $69^{\circ}37'45.68''O$. A área possui extensão de 176.349,02 hectares, e foi criada pelo Decreto nº 96.189, de 21 de junho de 1988, afim de promover o manejo sustentável e o uso dos recursos naturais em suas múltiplas formas.

Figura 1 - Área da Floresta Nacional do Macauã. Fonte: ICMBio



Legenda:

Área demarcada em verde-claro (Parque Estadual).

Delimitação da área de extração do óleo-resina de copaíba em vermelho.

A densidade apresentada foi de 0,9684 g/ml, que corresponde ao valor de densidade coerente e próximo aos limites apresentados por outras espécies de *Copaifera* que foram de 0,9690 e 0,9497. A viscosidade apresentou o valor de 243,44 mm²/s, os valores de viscosidade para amostras de copaibeiras descritos na literatura são muito amplos, e variam de 28,50 a 1.708,73 mm²/s (RIGAMONTE-AZEVEDO et al. 2004; ARAÚJO et al. 2005; BIAVATTI et al. 2006; MENDONÇA; ONOFRE, 2009).

O índice de refração foi 1.508, onde a literatura aponta valores para o óleo-resina de copaíba que podem ser de 1.507 a 1.511. Sendo este, um bom parâmetro de análise dos óleos-resinas de espécies de copaíbas. A acidez foi de 54,87 mgKOH/g, onde a média desse índice descrito na literatura variou de 50,60 a 55,87 mgKOH/g. Finalmente o índice de saponificação

foi de 76,55 mgKOH/g e os valores referenciados foram de 62,63 a 98,40 mgKOH/g (BRITO et al. 2000; ARAÚJO et al. 2005; BARBOSA et al. 2009).

- pH: a determinação foi feita através da utilização de peagâmetro digital de bancada.

As amostras foram espatuladas com auxílio de placa de vidro e espátula de metal. Para a determinação do potencial hidrogeniônico (pH) das amostras foi utilizado o peagâmetro de bancada digital LAB 1000 modelo: mPA-210.

Após tomar presa, essas amostras foram submersas no tubo de ensaio do equipamento, tendo como veículo utilizado água destilada (2ml) por conter o pH neutro. O eletrodo de aferição foi inserido ao tubo de ensaio para a determinação do potencial hidrogeniônico e foram replicados os testes por três vezes para cada diluição.

O valor do pH levado em consideração foi aquele no qual o painel digital do peagâmetro mostrou sem variação, ou seja, sem oscilação. Portanto, uma vez que esse valor era estabelecido pelo equipamento, o mesmo era aceito para realização das análises estatísticas.

- Solubilidade: esta foi determinada seguindo a especificação da *International Organization for Standardization* (ISO) 6876/200123.

É importante ressaltar que as normas para teste de solubilidade indicam a imersão dos materiais após a presa final dos mesmos, o que não ocorre nas condições clínicas. Quanto à solubilidade, esta pode ser importante, caso o material, por meio da alcalinização e da liberação de íons cálcio, estimular o processo de mineralização (MIZUNO; BANZAI, 2008). Porém, a solubilidade de um material deve seguir normas, uma vez que a alta solubilização pode conduzir a espaços vazios, comprometendo o selamento obtido (VIVAN et.al., 2009).

As amostras para o teste de solubilidade foram separadas e pesadas após tomarem presa com auxílio de balança analítica (Shimadzu AUY220-UniBloc) determinando o peso inicial. Logo em seguida, foram colocadas em estufa a 37 °C, por três vezes o tempo de presa final. Retiradas às amostras da estufa, foram aferidos novamente o peso das amostras considerando como peso final.

Foi utilizado papel manteiga para auxiliar na pesagem das amostras, em seguida as mesmas foram transferidas à placa de Kline para irem à estufa individualmente, fazendo com que permanecessem por três vezes o tempo de presa de cada amostra. Após o tempo na estufa,

foi feita a pesagem novamente obtendo assim a diferença do peso final menos o peso inicial para determinação da solubilidade das amostras.

3.3 ANÁLISE DE DADOS

Os dados de tempo de presa, pH e solubilidade foram submetidos a testes estatísticos, organizados em forma de delineamento inteiramente ao acaso, com objetivo de verificar a normalidade da distribuição amostral. Foram aplicados os testes estatísticos de Análise de Variância (ANOVA) para verificar a diferença entre os dados analisados, e o teste complementar quantitativo de Tukey para verificar a diferença entre os tratamentos, com nível de significância de 5% ($\alpha=0,05$). O Software utilizado foi o Statistics versão 7.0, desenvolvido por (HAMMER et al.; 2001).

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Houve uma compatibilidade aceitável entre os compostos quando foram associados, ou seja, o MTA que tem a sua presa (tempo de reação) em quinze minutos quando agregado a água destilada, também obteve presa em tempo aceitável mesmo quando adicionado ao óleo-resina de copaíba.

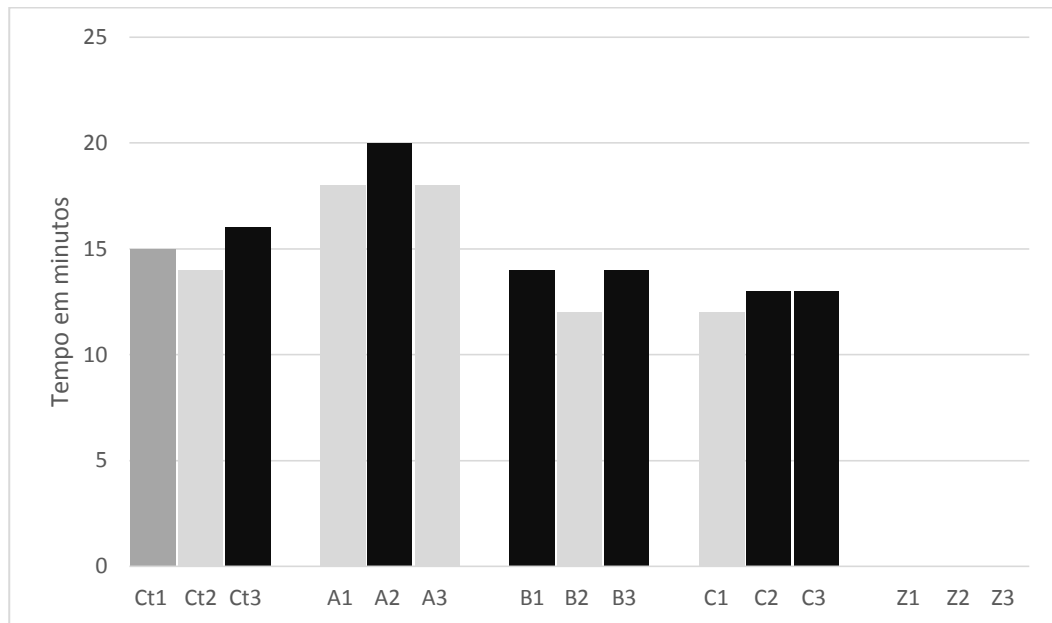
A solubilidade foi considerada aceitável para o tipo de teste empregado, de acordo com as normas da *American Dental Association (ADA)* nº 57 e da *International Organization for Standardization (ISO)* 6876/2001, que é de 3%. E que mesmo após a associação dos dois compostos, ainda assim permaneceu com potencial hidrogeniônico alcalino.

Em virtude das características físico-químicas do óleo-resina de copaíba, confiamos que esta equilibrou algumas das características desvantajosas do Mineral Trióxido Agregado materiais investigados neste estudo.

4.1 TEMPO DE PRESA

O teste de tempo de presa foi imprescindível para a verificação da utilização dos compostos de maneira associada, ou seja, entender se o novo produto formulado a partir dessa incrementação teria viabilidade na prática clínica (Figura 2). A necessidade de formulação do biomaterial com princípios ativos anti-inflamatórios e antimicrobianos associados ao MTA, este que tem por característica fundamental a bioestimulação regeneradora dos tecidos dentários.

Figura 2 - Gráfico Ilustrativo do Tempo de Presa dos Blocos de Diluições.

**Legenda:**

Ct: Bloco de diluição Controle (Exclusivamente Água Destilada como diluente).

A: Bloco de diluição (50% de Água Destilada, 50% de Óleo-resina de Copaíba como diluente).

B: Bloco de diluição (75% de Água Destilada, 25% de Óleo-resina de Copaíba como diluente).

C: Bloco de diluição (87,5% de Água Destilada, 12,5% de Óleo-resina de Copaíba como diluente).

Z: Bloco utilizando exclusivamente Óleo-resina de Copaíba como diluente.

Tabela 2 - Desvio-Padrão dos Blocos de Diluição no Teste do Tempo de Presa.

Proporção	Tempo de Presa
100% AD – Controle	15 ±1
50% OC + 50% AD	18,67±1,15
25% OC + 75% AD	13,33±1,15
12,5% OC + 87,5% AD	12,67±0,58
100% OC	

Legenda:

OC: Óleo Copaíba

AD: Água Destilada

Comparando os elementos do primeiro bloco de diluição, percebe-se que torna-se inviável a sua utilização na clínica por conta do tempo de presa ser maior que o grupo controle, ou seja, mesmo o menor valor desse bloco de diluição é vinte por cento maior que a média do tempo de presa do bloco controle.

Considerando que o tempo de presa do grupo controle que é de 15 minutos (tempo proposto pelo fabricante), por si só já revela ser uma desvantagem para a prática clínica, logo, o primeiro bloco de diluição seria inviável caso objetive reverter essa desvantagem do MTA. Apesar de o tempo de trabalho ser considerado bom, uma vez que é estimado em 10 minutos o tempo de presa inicial e 15 minutos o tempo de presa final (FUKUNAGA et al., 2007).

A análise estatística revelou que não houve diferença significativa entre os tratamentos do mesmo bloco ($F = 0,2727$ e $p = 0,7719$), no entanto, houveram diferenças significativas quando comparadas as médias dos blocos de diluição ($F = 17,7045$ e $p = 0,003$) (Tabela 3).

Tabela 3 - Análise de Variância dos Tratamentos entre os Blocos.

FONTES DE VARIÇÃO	GL	SQ	QM
Tratamentos	2	0,6667	0,333
Blocos	3	64,917	21,639
Erro	6	7,333	1,222
F (tratamentos) =	0,2727		
p (tratamentos) =	0,7719		
F (blocos) =	17,7045		
p (blocos) =	0,003		

Legenda:

GL: Grau de liberdade.

SQ: Soma dos quadrados.

QM: Quadrado médio.

O segundo bloco de diluição (Bloco B) mostra um valor aceitável de tempo de presa para a prática clínica, uma vez que a principal característica é que consegue-se reduzir em até vinte por cento o tempo de utilização clínica, fazendo com que uma das desvantagens do uso do MTA em suas características convencionais sejam vencidas. O terceiro bloco de diluição obteve um tempo de presa menor que os anteriores, isso se deve pela maior quantidade de água destilada adicionada ao diluente, mesmo que o diluente homólogo seja o óleo-resina de copaíba e que teoricamente necessitaria de mais tempo para a reação química (Figura 2).

A análise do tempo de presa em associações com o MTA, apresentou menor valor, representando assim, diferenças estatísticas significativas quando utilizado de maneira associada (Figura 2). Ressalta-se ainda que a redução do tempo de presa ocorre em decorrência de que a referida marca comercial (Ângelus MTA®) não possua em sua constituição química o sulfato de cálcio (COSTA et al 2014).

A análise estatística de comparação entre os blocos mostrou que há diferença significativa quando comparado os blocos 1 e 2; 2 e 3; 2 e 4 (Tabela 4).

Tabela 4 - Teste de Comparação Entre as Médias dos Blocos de Diluição (Teste de Tukey).

Tukey	(p)
Médias (1 a 2) =	< 0.05
Médias (1 a 3) =	Ns
Médias (1 a 4) =	Ns
Médias (2 a 3) =	< 0.01
Médias (2 a 4) =	< 0.01
Médias (3 a 4) =	Ns

Legenda:
(p): *p-valor*

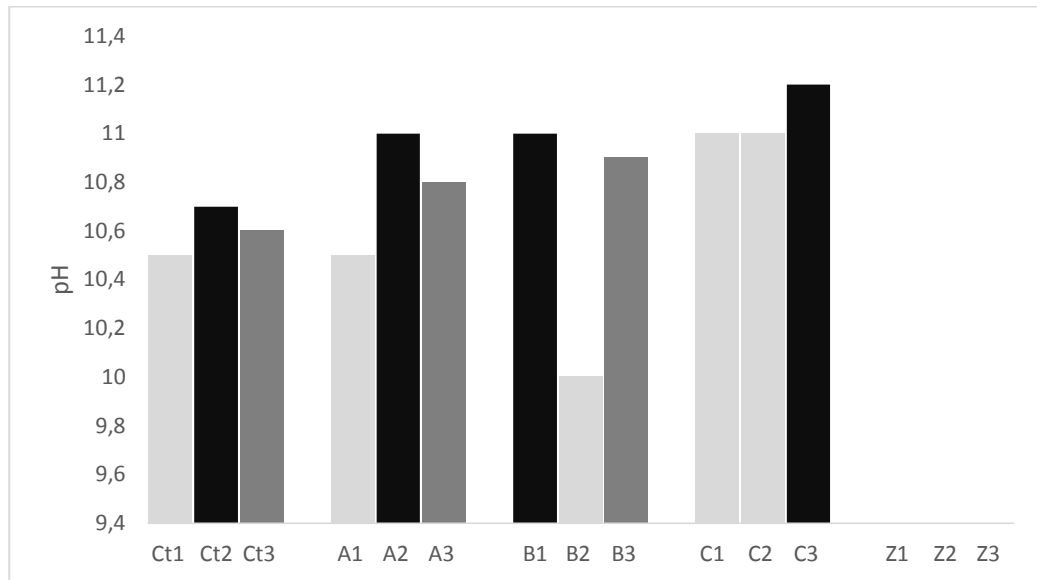
O óleo-resina de copaíba não se mostrou eficaz quando utilizado de forma isolada como diluente, não foi possível mensurar o tempo de presa (controle negativo), uma vez que a incrementação do óleo-resina de copaíba ao conteúdo em pó do sachê não obteve uma reação que resultasse na presa, ou seja, no endurecimento do mesmo. Logo, o bloco de amostras utilizando exclusivamente óleo-resina de copaíba (bloco Z) foi desconsiderado para fins de testes estatísticos amostrais (Figura 2).

Quando comparados isoladamente amostras dos blocos de diluição B e C, nota-se que algumas amostras foram coincidentes, ou seja, obtiveram o mesmo valor para o tempo de reação. Constata-se que dependendo de sua aplicabilidade pode ser utilizado tanto a segunda quanto a terceira diluição já que não apresentaram diferenças estatísticas significantes.

Costa et al (2014) na análise de tempo presa, comparando o cimento de MTA a outros quatro radiopacificadores e incrementando copaíba, também concluiu que não houveram diferenças significativas entre as amostras do mesmo bloco, porém houveram diferenças estatísticas significantes ($p < 0,05$) quando comparados a outros blocos de associação.

4.2 POTENCIAL HIDROGENIÔNICO DA SOLUÇÃO

Figura 3 - Proporções de pH



Legenda:

Ct: Bloco de diluição Controle (Exclusivamente Água Destilada como diluente).

A: Bloco de diluição (50% de Água Destilada, 50% de Óleo-resina de Copaíba como diluente).

B: Bloco de diluição (75% de Água Destilada, 25% de Óleo-resina de Copaíba como diluente).

C: Bloco de diluição (87,5% de Água Destilada, 12,5% de Óleo-resina de Copaíba como diluente).

Z: Bloco utilizando exclusivamente Óleo-resina de Copaíba como diluente.

Tabela 5 - Desvio-Padrão dos Blocos de Diluição no Teste de pH.

Proporção	pH da Solução
100% AD – Controle	10,6±0,1
50% OC + 50% AD	10,77±0,25
25% OC + 75% AD	10,77±0,25
12,5% OC + 87,5% AD	11,07±0,12
100% OC	

Legenda:

OC: Óleo Copaíba

AD: Água Destilada

O bloco controle mostra uma média de pH 10,6, enquanto que esse valor foi coincidente com o segundo bloco de diluição. A primeira diluição obteve valores aproximados às amostras do bloco controle, o que não afeta negativamente as propriedades do MTA quando associado ao óleo-resina de copaíba. O terceiro bloco de diluição foi o que obteve melhor resultado de pH, uma vez que a média entre os elementos desse bloco foi superior a todas as outras médias, que em valores absolutos obtiveram os maiores resultados. Logo, percebe-se que a terceira diluição é a mais vantajosa, uma vez que o potencial hidrogeniônico é importante para o combate de microrganismos, estes que tem predileção por se proliferar em ambiente ácido, conseqüentemente a vantagem seria dificultar o surgimento de microrganismos resistentes (PIERI et al, 2010).

Levando em consideração a natureza alcalina de ambos os compostos, pode-se observar que os testes de aferição do potencial hidrogeniônico foram satisfatórios em todas as diluições, visto que o processo de mineralização do MTA, bem como a ação antimicrobiana estão ligados à liberação de íons cálcio e a manutenção do pH em níveis alcalinos (KONTAKIOTIS; WU; WESSELINK, 1997; MIZUNO; BANZAI, 2008).

As análises estatísticas em comparação aos blocos de diluição mostraram que não houve diferença significativa entre os blocos ($F= 1,1647$ e $p= 0,3985$) (Tabela 6).

Tabela 6 - Análise de Variância (ANOVA) Entre os Blocos de Diluição Quando Comparados os Valores do pH.

Fontes de Variação	GL	SQ	QM
Tratamentos	2	0,0817	0,041
Blocos	3	0,407	0,136
Erro	6	0,698	0,116
F (tratamentos) =	0,3508		
p (tratamentos) =	0,7204		
F (blocos) =	1,1647		
p (blocos) =	0,3985		

Legenda:

GL: Grau de liberdade.

SQ: Soma dos quadrados.

QM: Quadrado médio.

4.3 SOLUBILIDADE

O grupo controle apresentou um percentual de perda próximo ao valor de 1,30 quando subtraído o peso inicial do peso final, logo a o teste de solubilidade é importante pois o mesmo simula a situação do material na cavidade bucal, ou seja, testa a sua aplicabilidade clínica (Tabela 7). Enfatiza-se ainda que as normas para o referido teste implicam em imersão das amostras após tomada de presa final, o que não ocorre em situações clínicas reais (COSTA et al, 2014).

Tabela 7 - Valores Referente ao Primeiro Bloco Controle Positivo.

TESTES LABORATORIAIS					
PROPORÇÃO	PESO INICIAL (g)	PESO FINAL (g)	VALOR ABSOLUTO (g)	MASSA MANTIDA (%)	PERCENTUAL DA PERDA (%)
CT1	0,1271	0,1254	0,0017	98,69	1,31
CT2	0,1207	0,1191	0,0016	98,71	1,29
CT3	0,1232	0,1215	0,0017	98,70	1,30

O fato de a perda ser considerada pouca ou irrelevante, é importante pois o material não sofrerá grandes alterações na sua forma, uma vez que ele é empregado para o selamento da comunicação entre o dente e o periodonto (tecidos que circundam o dente). Logo, há a manutenção de sua capacidade seladora sem comprometer as demais propriedades. Ressaltando-se que o sucesso do selamento depende da correta manipulação e aplicação do MTA nas perfurações ou retro-obturações, sem que o mesmo extravase para o periodonto, afim de evitar a abordagem cirúrgica nesta mesma sessão clínica (MARION et al, 2013).

O primeiro bloco de diluição mostrou-se menos eficaz, já que a média do percentual de perda da massa foi acima de 1,32 (Tabela 8). Porém se comparado o peso inicial das amostras da primeira diluição às amostras do bloco controle, poder-se-á observar uma massa maior destes, o que explicaria o maior percentual de perda. Inviabilizando o que foi descrito como um material ideal para selamento de comunicações entre o dente e periodonto (SALLES et al., 2000).

Tabela 8 – Valores Referente ao Primeiro Bloco de Diluição.

TESTES LABORATORIAIS					
PROPORÇÃO	PESO INICIAL (g)	PESO FINAL (g)	VALOR ABSOLUTO (g)	MASSA MANTIDA (%)	PERCENTUAL DA PERDA (%)
A1	0,1372	0,1353	0,0019	98,68	1,32
A2	0,1303	0,1285	0,0018	98,67	1,33
A3	0,1330	0,1312	0,0018	98,69	1,31

O segundo bloco de diluição apresentou uma maior perda percentual de suas massas após o teste de solubilidade (Tabela 9). Comparando o segundo ao primeiro bloco de diluição percebe-se que o peso inicial das amostras individualmente foram menores, isso se deve a proporção da diluição onde o segundo bloco contém menos óleo-resina de copaíba.

Tabela 9 - Valores Referente ao Segundo Bloco de Diluição.

TESTES LABORATORIAIS					
PROPORÇÃO	PESO INICIAL (g)	PESO FINAL (g)	VALOR ABSOLUTO (g)	MASSA MANTIDA (%)	PERCENTUAL DA PERDA (%)
B1	0,1344	0,1326	0,0018	98,69	1,31
B2	0,1278	0,1261	0,0017	98,71	1,29
B3	0,1303	0,1286	0,0017	98,72	1,28

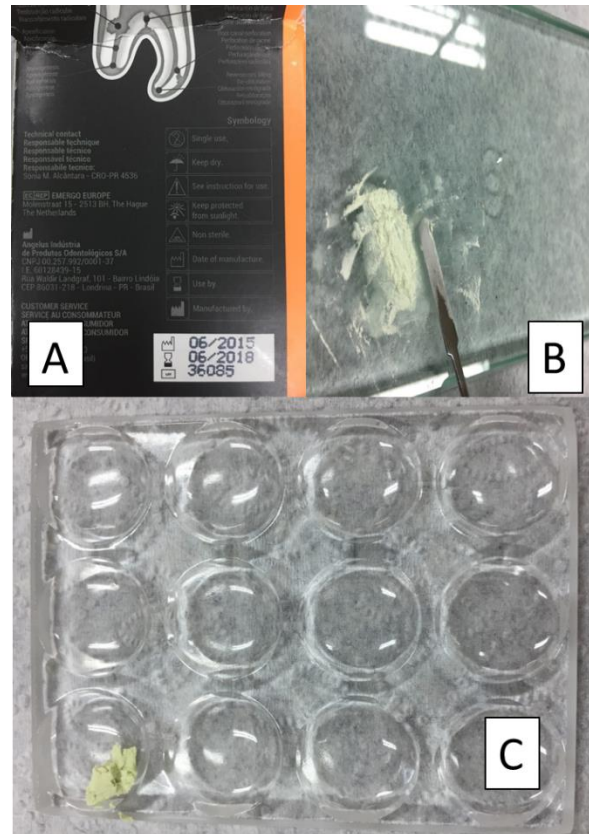
O terceiro bloco de diluição apresentou a menor média de 1,21 (Tabela 10). Corroborando assim com os testes anteriores onde as amostras do terceiro bloco de diluição obtiveram melhores resultados em comparação as demais diluições e até mesmo as amostras do bloco controle.

Tabela 10 - Valores Referente ao Terceiro Bloco de Diluição

TESTES LABORATORIAIS					
PROPORÇÃO	PESO INICIAL (g)	PESO FINAL (g)	VALOR ABSOLUTO (g)	MASSA MANTIDA (%)	PERCENTUAL DA PERDA (%)
C1	0,1271	0,1255	0,0016	98,78	1,22
C2	0,1207	0,1192	0,0015	98,81	1,19
C3	0,1220	0,1205	0,0015	98,78	1,22

Apesar de apresentar valores distintos, o MTA não exige que o campo operatório esteja completamente livre de umidade, fazendo com que haja uma utilização aceitável mesmo em situações adversas (VIDE BULA MTA).

Figura 4 - Materiais Utilizados nos Testes Laboratoriais.



Legenda: A. Fabricação, validade e lote do MTA; B. Espatulação da amostra; C. Amostra inserida na placa de kline.

Figura 5 - Materiais Utilizados nos Testes Laboratoriais.



Legenda: A. Embalagem de MTA; B. Frasco de Água Destilada; C. Estufa Aberta; D. Estufa Fechada; E. Balança Analítica de Bancada; F. Peagâmetro Digital.

5. CONSIDERAÇÕES FINAIS

A partir dos testes laboratoriais, pode-se concluir que o Mineral Trióxido Agregado aceita a interação com o diluente a base de óleo, ou seja, o óleo-resina de copaíba (*Copaifera paupera*) Herzog Dwyer. Desde que feita as devidas diluições com a água destilada que é o solvente indicado pelo fabricante.

O óleo-resina de copaíba não pode ser o solvente exclusivo do conteúdo em pó do Mineral Trióxido Agregado, uma vez que esse não resultou em presa, ou seja, não obteve uma reação aceitável do ponto de vista da aplicabilidade clínica.

Mantendo-se a mesma quantidade de diluente indicado pelo fabricante, porém, fazendo as devidas substituições por proporções de óleo-resina de copaíba ao invés de água destilada pode-se obter resultados satisfatórios e com aplicabilidade clínica.

A diluição de 12,5% de óleo-resina de copaíba adicionada a 87,5% de água destilada foi a que obteve os melhores resultados nos testes de tempo de presa, fazendo com que houvesse uma diminuição desse tempo, o que é considerado uma grande vantagem. Houve também um bom desempenho na aferição do potencial hidrogeniônico, fazendo com que as amostras se mantivessem em valores alcalinos. Finalmente, a baixa solubilidade foi mantida na presença do óleo-resina de copaíba mesmo nas diferentes concentrações de diluentes.

Há a necessidade de outros trabalhos na tentativa de responder aos questionamentos levantados por essa pesquisa, como por exemplo, ao incrementar o óleo-resina de copaíba ao MTA esse ainda assim possui propriedades biológicas?

6. REFERÊNCIAS

- ALVES, F. R. F. **Compreendendo a etiologia microbiana das infecções endodônticas.** Revista Biociências, v. 10, 2008.
- ANDRADE JUNIOR, M.A. et al. **Distribuição geográfica e aspectos de identificação taxonômica de *Copaifera officinalis* L. (Caesalpiniaceae), com inclusão de registros de ocorrência de *Copaifera spp.* em Roraima.** In: CONGRESSO NACIONAL DE BOTÂNICA, 51., 2000, Brasília. **Anais ...** Brasília: Sociedade Botânica do Brasil, 2000.
- ARAÚJO, V.F.; PETRY, A.C.; ECHEVERRIA, R.M.; FERNANDES, E.C.; PARTORE-JÚNIOR, F.; **Plantas da Amazônia para a produção cosmética: uma abordagem química - 60 espécies do extrativismo florestal não-madeireiro da Amazônia.** Brasília, p. 58-60. 2005.
- BARBOSA, K.S.; YOSHIDA, M.; SCUDELLER, V.V.; **Detection of adulterated copaiba (Hayne) oil-resins by refractive index and thin layer chromatography.** Revista Brasileira de Farmacognosia, v 19(1A), 57-60, 2009.
- BIAVATTI, M.W.; DOSSIN, D.; DESCHAMPS, F.C.; LIMA, M.P.; **Análise de óleos-resinas de copaíba: contribuição para seu controle de qualidade.** Revista Brasileira de Farmacognosia, v16(2), 230-235, 2006.
- BRITO, M.V.H.; OLIVEIRA, R.V.B.; SILVEIRA, E.L.; REIS, J.M.C.; NOGUCHI, A.; EPAMINONDAS, W.A.; MORAES, M.R.; **Aspectos microscópicos do fígado de ratos após administração do óleo de Copaíba.** Acta Cirurgica Brasileira, v15, nº 2, 2000.
- CASCON, V.; GILBERT, B. **Characterization of the chemical composition of oleoresins of *Copaifera guianensis* Desf., *Copaifera duckei* Dwyer and *Copaifera multijuna* Hayne.** *Phytochemistry*, v.55, p.773-8, 2000.
- CHACKO V, KURIKOSE S. **Human pulpal response to mineral trioxide aggregate (MTA): a histologic study.** J Clin Pediatr Dent 2006
- CHANDLER, N.P.; KOSHY, S. **The changing role of the apicectomy operation in dentistry.** J. R. Coll. Surg.Edinb., Edinburg, v.47, nº5, p.660-7. Oct. 2002.
- COSTA, B. C.; CAMPOS, C.N.; DUARTE, M.A.H.; CHAVES, M.G.A.M.; GRIZZO, L.T.; TANOMARU-FILHO, M. **Análise físico-química do MTA e do cimento Portland associado a quatro diferentes radiopacificadores.** Revista de Odontologia da UNESP, p. 228-235, 2014.
- DAMMASCHKE T, STRATMANN U, WOLFF P, SAGHERI D, SCHÄFER E. **Direct pulp capping with mineral trioxide aggregate: an immunohistologic comparison with calcium hydroxide in rodents.** J Endod. 2010.

ESPÍNDOLA, A.C.S.; PASSOS, C.O.; SOUZA, E.D.A.; SANTOS, R.A.; **UNIRADICULARES, Em Dentes. Avaliação do grau de sucesso e insucesso no tratamento endodôntico.** Rgo, v. 50, n. 3, p. 164-166, 2002.

FERRACANE JL, COOPER PR, SMITH AJ. **Can interaction of materials with the dentin-pulp complex contribute to dentin regeneration?** Odontology. 2010.

FUKUNAGA, D., BARBERINI, A.F., SHIMABUKO, D.M., MORILHAS, C., BELARDINELLI, B., AKABANE, C.E. **Utilização do agregado de trióxido mineral (mta) no tratamento das perfurações radiculares: relato caso clínico.** Revista de Odontologia da Universidade Cidade de São Paulo, v. 19, n. 3, p. 347-53, 2007.

GOMES-FILHO JE, DE FARIA MD, BERNABÉ PF, NERY MJ, OTOBONI-FILHO JA, DEZANJÚNIOR E, DE MORAES COSTA MM, CANNON M. **Mineral trioxide aggregate but not light-cure mineral trioxide aggregate stimulated mineralization.** J Endod 2008

GROSSMAM, L.I. **Endodontia prática.** 10 ed. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan, 1983.

HAMMER, O.; HARPER, D. A. T. & RIAN, P. D. 2001. **Past:** Palaeontological statistics software package for education and data analysis. Version. 1.37. Disponível em: <http://palaeo-electronica.org/2001_1/past/issue1_01.htm>. Acesso em: 18.09.2016.

HOLLAND R, DE SOUZA V, NERY MJ, OTOBONI FILHO JA, BERNABÉ PF, DEZAN JÚNIOR E. **Reaction of rat connective tissue to implanted dentin tubes filled with mineral trioxide aggregate or calcium hydroxide.** J Endod. 1999.

INDEX KEWENSIS, **supl. XX.** Oxford: Clarendon Press, 1996.

INGLE, J.L.; TAINTOR, J.F.; Endodontics. 3 ed. Philadelphia, 1985.

INGLE, J.L. **A standardized endodontic technique utilizing newly designed instruments and filling materials.** Oral Sur Oral Med Oral Pathol., Jan, 14:83-91, 1961.

KETTERING, J.D., TORABINEJAD, M. **Investigation of mutagenicity of mineral trioxide aggregate and other commonly used root end filling materials.** J. Endod., Baltimore, v.21, n.11, p.537-539, Nov. 1995.

KOMABAYASHI T, ZHu Q. **Innovative endodontic therapy for anti-inflammatory direct pulp capping of permanent teeth with a mature apex.** Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod. 2010.

KONTAKIOTIS, E.G.; WU, M.K.; WESSELINK, P.R. **Effect of calcium hydroxide dressing on seal of permanent root filling.** Endod Dent Traumatol, 1997;13(6):281-4 PMID: 9558510

KHOURY J. **Endodontic essay.** Aust Endod J. 2011

LEANDRO LM, VARGAS F de S, BARBOSA PC, NEVES JK, da Silva JA, da VEIGA JUNIOR VF. **Chemistry and biological activities of terpenoids from copaiba (Copaifera spp.) oleoresins.** Molecules. 2012.

LEITE, A; ALECHANDRE, A; RIGAMONTE, C; CAMPOS, C; OLIVEIRA, A. **Recomendações para o manejo sustentável do óleo de copaíba.** Rio Branco: UFAC-SEFE-BRILHOGRAF, 2001.38p.

LIMA AF, LIMA JFJFM. **Utilização medicinal do óleo de copaíba: aspectos históricos e estudos atuais.** PÓS EM REVISTA DO CENTRO UNIVERSITÁRIO NEWTON PAIVA 1/2012 – EDIÇÃO 5 – ISSN 2176 7785. 2012

MACIEL, MARIA APARECIDA M. et al. **Plantas medicinais: a necessidade de estudos multidisciplinares.** Química nova, v. 25, n. 3, p. 429-438, 2002.

MARION, J. J., DUQUE, T. M., SANTOS, T. S., & MANHÃES, F. C. **Emprego do MTA no tratamento de perfuração radicular cervical: relato de caso.** Dent. press endod, p. 96-101, 2013.

MARTINS K, FONSECA FL, WADT LHO, LIMA LMS. **As árvores de copaíba mantêm os níveis de produção de oleorresina em extrações sucessivas? Estudo de caso de *Copaifera paupera* Herzog (Dwyer) (Fabaceae: Caesalpinioideae) no Acre.** ISBN: 978-85-211-0061-4. 2010

MENDONÇA, E.D.; ONOFRE, S.B.; **Atividade antimicrobiana do óleo-resina produzido pela Copaíba – Hayne (Leguminosae).** Revista Brasileira de Farmacognosia, v 19 (2B), 577-581, 2009.

MILLER, W.D. **An introduction to the study of the bacteriopathology of the dental pulp.** Dental Cosmos, v.36, p. 505-528, 1984.

MIZUNO, M.; BANZAI, Y. **Calcium ion release from calcium hydroxide stimulated fibronectin gene expression in dental pulp cells and the differentiation of dental pulp cells to mineralized tissue forming cells by fibronectin.** Int Endod J. 2008; 41(11):933-8. PMID:19133082.

MJÖR IA, FERRARI M. **Pulp-dentin biology in restorative dentistry.** Part 6: Reactions to restorative materials, tooth-restoration interfaces, and adhesive techniques. Quintessence Int. 2002.

MODENA KC, CASAS-APAYCO LC, ATTA MT, COSTA CA, HEBLING J, SIPERT CR, NAVARRO MF, SANTOS CF. **Cytotoxicity and biocompatibility of direct and indirect pulp capping materials.** J Appl Oral Sci. 2009.

NAIR PN, DUNCAN HF, PITT FORD TR, LUDER HU. **Histological, ultrastructural and quantitative investigations on the response of healthy human pulps to experimental capping with mineral trioxide aggregate: a randomized controlled trial.** Int Endod J. 2008.

OLIVEIRA, E.C.P.; LAMEIRA, O.A.; ZOGHBI, M.G.B **Identificação da época de coleta do óleo-resina de copaíba (*Copaifera spp.*) no município de Moju-PA.** Rev Bras Plant Med, v.8, n.3, p. 14-23, 2006.

ORSO, V. A.; SANT'ANA FILHO, M. **Cirurgia parentodôntica: quando e como fazer.** Revista da Faculdade de Odontologia de Porto Alegre. Porto Alegre. Vol. 47, n. 1 (abr. 2006), p. 20-23, 2006.

PÁTTARO E.S., AMARAL, K.F., GAVINI, G. **Capacidade selante de materiais restauradores empregados no preenchimento de perfurações de furca.** Rev Odontol Univ Cid São Paulo 2004 jan/abr; 16(1): 47-53.

PETROVIC V, STEFANOVIC V. **Dental tissue--new source for stem cells.** Scientific World Journal. 2009.

PIERI, 2012. **ATIVIDADE ANTIMICROBIANA DO ÓLEO DE COPAÍBA (*Copaifera langsdorffii*) E SEUS CONSTITUENTES, E AVALIAÇÃO DO BIOPRODUTO OBTIDO NA INIBIÇÃO DE BACTÉRIAS DA PLACA DENTAL DE CÃES - TESE**

PIERI, F. A., MUSSI, M. C., FIORINI, J. E., & SCHNEEDORF, J. M. **Efeitos clínicos e microbiológicos do óleo de copaíba (*Copaifera officinalis*) sobre bactérias formadoras de placa dental em cães.** Arquivo Brasileiro de Medicina Veterinária e Zootecnia, v. 62, n. 3, p. 578-585, 2010.

PIRIZ, M. A., Lima, C. A. B., Jardim, V. M. R., Mesquita, M. K., Souza, A. D. Z., & Heck, R. M. **Plantas medicinais no processo de cicatrização de feridas: uma revisão de literatura.** Rev. bras. plantas med, v. 16, n. 3, p. 628-636, 2014.

RAMOS, M.F.S.; **Desenvolvimento de microcápsulas contendo a fração volátil de copaíba por spray-drying: estudo de estabilidade e avaliação farmacológica.** 2006. 119f. Tese (Doutorado em Ciências Farmacêuticas), Faculdade de Ciências Farmacêuticas de Ribeirão Preto, Universidade de São Paulo, 2006.

RIGAMONTE-AZEVEDO, O.C.; WADT, P.G.S.; WADT, L.H.O.; **Copaíba: Ecologia e produção de óleo-resina.** EMBRAPA, Acre, 2004.

ROBERTS HW, TOTH JM, BERZINS DW, CHARLTON DG. **Mineral trioxide aggregate material use in endodontic treatment:** a review of the literature. Dent Mater 2008.

SANTOS, Adriana Oliveira dos et al. **Antimicrobial activity of Brazilian copaiba oils obtained from different species of the *Copaifera* genus.** Memórias do Instituto Oswaldo Cruz, v. 103, n. 3, p. 277-281, 2008.

SALLES, A. A. **MTA como uma nova perspectiva no tratamento de perfurações dentárias.** Revista da Faculdade de Odontologia de Porto Alegre, v. 41, n. 2, p. 32-36, 2000.

SIQUEIRA JÚNIOR, J.F.; LOPES, H.P. **Endodontia: biologia e técnica.** Rio de Janeiro: Medsi, 1999. 1999, 650 p.

SOUZA, A. Q. L. de.; SOUZA, A. D. L. de.; FILHO. S. A.; PINHEIRO, M. L. B.; SARQUIS, M. I. M. de.; PEREIRA, J. O. **Atividade antimicrobiana de fungos endofíticos isolados de plantas tóxicas da amazônia: *Palicourea longiflora* (Aubl.) Rich e *Strychnos cogens* Benth.** Acta Amazônica, v. 34, n.2, p.185, 2004.

TORABINEJAD M, PARIROKH M. **Mineral trioxide aggregate: a comprehensive literature review--part II: leakage and biocompatibility investigations.** J Endod. 2010.

TORABINEJAD, M.; WATSON, T.F.; PITT FORD, T. R. **Sealing ability of mineral trioxide aggregate when used as a root end filling material.** J. Endod., Baltimore, v. 19, n.12, p.591-595, Dec. 1993.

VEIGA JUNIOR VF, PINTO AC. **THE COPAIFERA L. GENUS. This review details the history, chemistry and pharmacology of the Copaifera L. genus (LeguminosaeCaesalpinoideae), including copaiba oils.** Quim Nova. 2002.

VEIGA JUNIOR VF, ROSAS EC, CARVALHO MV, HENRIQUES MG, PINTO AC. **Chemical composition and anti-inflammatory activity of copaiba oils from Copaifera cearensis Huber ex Ducke, Copaifera reticulata Ducke and Copaifera multijuga Hayne-- a comparative study.** J Ethnopharmacol. 2007.

ZANETTINI, I.; ZANENTINI, P.R.; **Uso do tróxido mineral (MTA) como material retrobturador em cirurgias periapicais / Mineral trioxide aggregate (MTA) as a roo-end filling material in apical surgery.** JBE j. Bras. Endodontia: 5(19): 289-294, nov.-dez. 2004-jan.-fev. 2005.

ANEXOS

LAUDO COPAÍBA



RELATÓRIO DE ENSAIOS Nº 04/12 Data da emissão: 30/03/2012

IDENTIFICAÇÃO DA AMOSTRA

Laboratório/setor: Divisão de Produtos Naturais - DIPN/FUNTAC
 Cliente: Sr. Eliezio/Antônio, Projeto REDEBIO
 Endereço: Colocação: Cala a Boca - Floresta Nacional Macauã - Sena Madureira
 Amostra nº: 974/03/12
 Tipo de Amostra: Óleo
 Peso/Volume: 450 mL
 Responsável pela coleta: Raimunda e Claudio e (Técnicos DIPN) Data da coleta: 20/03/12
 Local da Coleta: Floresta Nacional Macauã Data de receb: 21/03/12
 Data do ensaio: 28/03/12

1. APRESENTAÇÃO

Controle de Qualidade Físico-químico da amostra de Óleo de Copaíba (*Copaifera sp.*), Lote: 974/03/12.

2 METODOLOGIAS APLICADAS

- A amostra foi submetida aos seguintes testes: Índice de Acidez (I.A.), Índice de Saponificação (I.S.), Índice de Éster (I.E.), Índice de Iodo (I.I.), Índice de Peróxido (I.P.), Índice de Refração (I.R.), Viscosidade, Densidade e Ponto de Fulgor conforme resultados na tabela 1.
- Os testes de (I.A, I.I e I.R.) seguem referência bibliográfica descrita na A.O.C.S., os demais ensaios seguem referência bibliográfica descrita na Farmacopéia Brasileira 3ª edição e ABNT. O índice de éster foi calculado através da diferença entre o índice de saponificação e o índice de acidez. Os equipamentos utilizados para a realização dos testes foram: refratômetro – BIOBRIX, Densímetro digital Mettler Toledo 30PX, viscosímetro Cup Ford – Quimis e Ponto de fulgor Modelo Q292A1-Quimis.

Os ensaios identificados com (*) não estão incluídos no âmbito da acreditação;
 Os resultados apresentados referem-se exclusivamente à(s) amostra (s) ensaiada (s);
 A reprodução deste documento somente poderá ser feita na íntegra;

Este é um relatório digital.

O original, impresso em papel e devidamente assinado, deve ser solicitado a instituição para posterior encaminhamento
 Av. das Acácias - Lote 1 - Zona "A" - Dist. Industrial - Fone: (68) 3213-3100 - Fax: 68 3229-1665 - CEP. 69.917-100 - Rio Branco / Acre
 CNPJ: 34700153/0001-63 - www.funtac.ac.gov.br - gabinete.funtac@ac.gov.br

Form. 00-DEST-05

3 RESULTADOS DOS ENSAIOS

Tabela 1. Resultados das Análises Físico-Químicas Óleo de Copaiba 974/03/12, Rio Branco - AC 2012.

Identificação	I. A. mgKOH/g	I.S.* mgKOH/g	I.E.* mgKOH/g	I.P.* meqO ₂ /kg	Refração	I.I.* gl ₂ /100g	Densidade* (g/mL)	Visc.* mm ² /s	Ponto de Fulgor °C
974/03/12	54,87	76,55	21,68	Não identificado	1,508	180,15	0,9684	243,44	109

Rio Branco, 30 de Março de 2012.

Silvia Luciane Basso

Silvia Luciane Basso
Coordenadora da Divisão de
Tecnologia de Produtos Naturais
CRF 547 AC

Os ensaios identificados com (*) não estão incluídos no âmbito da acreditação;
Os resultados apresentados referem-se exclusivamente à(s) amostra(s) ensaiada(s);
A reprodução deste documento somente poderá ser feita na íntegra;
Este é um relatório digital.
O original, impresso em papel e devidamente assinado, deve ser solicitado a instituição para posterior encaminhamento
Av. das Acácias - Lote 1 - Zona "A" - Dist. Industrial - Fone: (68) 3213-3100 - Fax: 68 3229-1665 - CEP. 69.917-100 - Rio Branco / Acre
CNPJ: 34700153/0001-63 - www.funtac.ac.gov.br - gabinete.funtac@ac.gov.br