

**University of Mosul**  
**College of Dentistry**



**Antibacterial Activity and Some Properties of  
Thymol Crystals Incorporated Zinc Oxide  
Guaiacol Root Canal Sealer: An in Vitro Study**

**A Thesis Submitted by**

**Fatin Salim Mohammed**

**To**

**The Council of College of Dentistry**

**University of Mosul**

**As a Partial Fulfillment of the Requirements**

**For the Degree of Master of Science**

**In Conservative Dentistry**

**Supervised by**

**Assistant Professor**

**Dr. Sawsan Hameed Ahmed**

## Abstract

### Aims of the study:

The aim is the preparation of a new formula including thymol crystals incorporation into previously prepared zinc oxide-guaiacol root canal sealer, and evaluating the effect of incorporation on sealer properties and antibacterial effect. **Materials and Methods:** The thymol crystals were incorporated at three different concentrations (2%, 5%, and 10%) according to the pilot study to the original formula of zinc oxide-guaiacol root canal sealer that prepared and evaluated by *Sawsan Hameed Ahmed as research requirements for Degree of Philosophy Doctorate in Conservative Dentistry/ University of Mosul, 2018*. The final formula tested and confirmed through Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR), Scanning Electron Microscope (SEM), and Energy Dispersive X-ray Spectrum (EDS). The setting time, solubility, and flowability are measured according to American Dental Association (ADA) specification No. 57 /2008 for root canal sealing materials. The pH variations result are compared before as well as after thymol incorporation, while in the antibacterial activity test, the zinc oxide eugenol based root canal sealer is considered as a positive control group. Setting time test :Three specimens were prepared using ring mold with an inner diameter of (10 mm) and height of (2 mm). A Gilmore needle with a mass of (100±0.5 g) was used; the period of “no indent” was recorded from the beginning of the mingling. The solubility test: Ten specimens were prepared using ring molds with an inner diameter of (20 ± 0.1 mm) and a height of (1.5 ± 0.1 mm) and digitally weighted to register the mass of each specimen before and after immersion in distilled water, solubility was determined after 24 hours. Flowability test: A volume of (0.5 ± 0.05) ml of the trial sealer was mixed and positioned using the insulin syringe on the glass plates, at (180±5) second from start of mixing another glass plate positioned on the material with two weights of (50) gram, ten minutes from start of mixing

removed the load and measured sealer disc with digital caliper. pH changes measurement :Ten samples of plastic cylinders with (1.5 mm) inner diameter and height of (10 mm) were occupied with new mixed sealer, each sample was directly dipped in firmly closed plastic bottles having (10 ml) of D.W., pH (6.5) and kept at 37°C during the intervals of the experiment (24 hours, 7, 14, and 28 days).The antibacterial effect: Forty Petri plates of Enterococcus agar media were utilized, separated into four sets conferring to breaks of incubation: (1, 2, 3, and 7 days) for each type of sealers using agar diffusion test with 0.5 McFarland turbidity standards. The diameters of *Enterococcus faecalis* inhibition growth were measured indicating antibacterial action. Descriptive statistics, One-way analysis of variance (ANOVA) and Duncan’s Multiple Range Test were used for all comparisons. Significant differences were considered when  $p \leq 0.01$ .**Results:** The modified root canal sealers have setting time, solubility,and flowability that fulfilled the requirement of ADA specification No.57/2008. The pH values are distributed within the neutral zone for all groups. The incorporation groups produced inhibition zones persisted at all incubation time intervals, and larger than that of zinc oxide eugenol based sealer. **Conclusions:**The prepared sealers with three concentrations of thymol crystals have properties that fulfilled the requirement of ANSI/ADA specification No.57, with better antibacterial activity than zinc oxide eugenol. In general, 5% of the thymol incorporation group has the largest bacterial inhibition zones with appropriate sealer properties.



كلية طب الأسنان

جامعة الموصل

النشاط المضاد للبكتيريا وبعض خصائص مسد قناة جذر أكسيد  
الزنك غواياكول المدمجة ببلورات الثايمول: دراسة مختبرية

رسالة تقدمت بها

فاتن سالم محمد

الى

مجلس كلية طب الأسنان

جامعة الموصل

كجزء من متطلبات نيل شهادة الماجستير

في

علاج الأسنان التحفظي

بإشراف

الاستاذ المساعد الدكتور

سوسن حميد أحمد

## الملخص

### أهداف الدراسة:

الهدف هو إعداد صيغة جديدة من خلال دمج بلورات الثايمول في سداة قناة جذر أكسيد الزنك-غواياكول المحضرة مسبقاً ، وتقييم تأثير الدمج على خصائص السداد وتحسين التأثير المضاد للبكتيريا .

### المواد وطرق العمل:

تم دمج بلورات الثايمول بثلاث تراكيز مختلفة (٢٪ ، ٥٪ ، ١٠٪) حسب الدراسة التجريبية إلى الصيغة الأصلية لسداة قناة جذر أكسيد الزنك-غواياكول التي أعدتها وقيمتها سوسن حميد أحمد كمتطلبات بحثية للحصول على درجة دكتوراه الفلسفة في علاج الأسنان التحفظي طب الأسنان / جامعة الموصل ، ٢٠١٨ .

تم اختبار الصيغة النهائية والتحكم فيها عن طريق استخدام تحليل فورييه الطيفي للأشعة تحت الحمراء (FTIR) ومجهر الإلكتروني الماسح (SEM) وطيف الأشعة السينية المشتت للطاقة (EDS). تم الكشف عن وقت التصلب والذوبان وقابلية التدفق وفقاً لمواصفات ADA رقم ٢٠٠٨/٥٧ لمواد ختم قناة الجذر . ومقارنة نتائج تغيرات الأس الهيدروجيني قبل وبعد دمج الثايمول ، بينما في اختبار النشاط المضاد للميكروبات ، يعتبر سداة قناة الجذر القائمة على أكسيد الزنك ايجينول مجموعة تحكم إيجابية. إعداد اختبار وقت التصلب: تم تحضير ثلاث عينات باستخدام قوالب حلقة بقطر داخلي (١٠ مم) وارتفاع (٢ مم). تم استخدام إبرة جيلمور بكتلة (١٠٠±٠,٥ جم); تمت الإشارة إلى الفترة من بداية الخلط إلى الحالة "بدون علامة سطحية" بأنها تمثل وقت التصلب. اختبار الذوبان: تم تحضير عشر عينات باستخدام قوالب حلقة بقطر داخلي (٢٠±٠,١ مم) وارتفاع (١,٥±٠,١ مم) ثم وزنها رقمياً لتسجيل كتلة كل عينة قبل وبعد الغمر في الماء المقطر و قياس الذوبان بعد ٢٤ ساعة. اختبار قابلية التدفق: تم خلط (٠,٥±٠,٥) مل من المادة المانعة للتسرب ووضعها باستخدام محقنة الأنسولين على الألواح الزجاجية ، عند (١٨٠±٥) ثانية من بدء الخلط تم وضع لوح زجاجي آخر على المادة مع وزنين كل منهما (٥٠) جرام لتكوين (٢٠±١٢٠) جرام للوزن الكلي ، بعد (١٠) دقائق من بداية الخلط يتم إزالة الحمل وقياس قرص السداد بواسطة الفرجار الرقمي. قياس تغيرات الأس الهيدروجيني: تم ملئ عشر عينات من الأسطوانات البلاستيكية بقياسات (١,٥ مم) القطر الداخلي وارتفاع (١٠ مم) من المادة المانعة للتسرب ، وتم غمس كل عينة مباشرة في عبوات

بلاستيكية محكمة الإغلاق تحتوي على (١٠ مل) من الماء المقطر، (الاس الهيدروجيني ٦,٥) وحفظها عند ٣٧ درجة مئوية خلال فترات التجربة (٢٤ ساعة و ٧ و ١٤ و ٢٨ يومًا). حول التأثير المضاد للبكتيريا: تم استخدام ٤٠ صفيحة بتري من وسط أجار *Enterococcus* ، مقسمة إلى أربع مجموعات وفقًا لفترات الحضانة: (١، ٢، ٣، ٧ أيام) لكل نوع من السدادات باستخدام اختبار انتشار أجار بمعايير تعكس ٠,٥ مكفارلاند. تم قياس أقطار نمو تثبيط *Enterococcus faecalis* كدليل على فعاليتها المضادة للبكتيريا.

**النتائج:** سدادات قناة الجذر الجديدة لديها وقت تصلب محدد، وقابلية للذوبان، وقابلية للتدفق تفي بمتطلبات المعهد الوطني الأمريكي رقم ٢٠٠٨/٥٧ لمواد ختم قناة جذر الأسنان. وان قيم الأس الهيدروجيني (تحليل الحموضة) لكل مجاميع السدادات المختبرة تتوزع داخل منطقة الحموضة المعتدلة. المجموعات التجريبية بعد الدمج أنتجت مناطق تثبيط نمو البكتيريا استمرت لطول فترات الحضانة ، وأكبر من مناطق التثبيط التي أنتجها أكسيد الزنك ايجينول.

**الاستنتاجات:** السدادات المحضرة ذات التركيزات الثلاثة من بلورات الثايمول لها خصائص تلبى متطلبات مواصفات المعهد الوطني الأمريكي / مواصفة جمعية طب الأسنان الأمريكية رقم ٥٧ ، مع نشاط مضاد للبكتيريا أفضل من أكسيد الزنك ايجينول. و كنتيجة عامة ، ان مجموعة الدمج ٥٪ ثايمول أنتجت أكبر مناطق تثبيط بكتيري مع خصائص أخرى مناسبة لمادة ختم قناة جذر الأسنان.