

**University of Mosul
College of Dentistry**



**Incorporation of Selenium Nanoparticles with a Mineral
Trioxide Aggregate as a Direct Pulp Capping Material**

**A Dissertation Submitted
By**

Njwan Fadhel Shehab Ahmad

To

**The Council of the College of Dentistry
Mosul University**

**as a Partial Fulfillment of Requirements
for the Degree of Philosophy Doctorate**

**In
Dental Sciences**

Supervised by

Assistant Professor

Dr. Nadia Hameed Hasan

Professor

Dr. Hana Khaleel Ismail

2024 A.D

1446 A.H

ABSTRACT

Aims: The main purpose of the study was to assess the histopathological response of dental pulp following direct pulp capping (DPC) using Mineral Trioxide Aggregate Repair High Plasticity (MTA Repair HP) in association with green-synthesized selenium nanoparticles (SeNPs) and, in particular, explore the effect of SeNPs on modifying MTA HP's biological properties. Research questions were: What could be the optimal concentration of SeNPs to promote the biological properties of MTA HP? How do SeNPs affect the response of dental pulp to DPC using MTA HP? Can supplementation with SeNPs optimize healing outcomes of pulp compared to MTA HP alone? It is hypothesized that the incorporation of SeNPs will have improved the biological efficiency of MTA HP, which will result in better pulp healing for achieving better clinical outcomes. The present study also analyzed the influence of added SeNPs on setting time and alkalinity of material and potential changes that may occur following the integration.

Materials and Methods: A pilot study was conducted with the aim of elucidating certain concentrations of SeNPs through a comprehensive evaluation of setting time and handling properties, which were considered in the selection of the test concentrations chosen for further study in an animal model. Comprehensive characterization of MTA HP before and after incorporating SeNPs was conducted using Attenuated Total Reflectance Fourier Transform Infrared Spectroscopy (ATR-FTIR), X-Ray Diffraction (XRD), and Field Emission Scanning Electron Microscopy with Energy Dispersive X-Ray Analysis (FESEM/EDX). Setting time was assessed, and pH values were measured over time after 1, 7, 14, and 30 days to evaluate the alkalinizing activity of the integrated substance at different nanoparticles concentrations (0.5%, 1%, 1.5%, 2% w/w). For the *in vivo* study, 12 male

dogs were used with 132 teeth divided into 12 teeth as control -ve (n=1 for each dog); the remaining 120 teeth were then divided into five groups according to their treatment: the control +ve group (MTA HP alone) and the experimental groups, which included MTA HP+ 0.5%, 1%, 1.5%, and 2% (w/w) SeNPs with n = 24 for each group. Pulp exposures were mechanically created, and pulp capping was performed, followed by monitoring the dogs for 7, 14, 30, and 60 days (n = 6 for each period). Histopathological evaluations at each interval involved euthanasia, surgically separation the maxilla and mandible, and examination of histological sections for inflammation intensity, necrosis, and reparative dentin formation.

Results: An extensive study has been conducted on the integration of SeNPs into MTA HP. ATR-FTIR and X-ray diffraction analysis confirmed the chemical composition and reaction between SeNPs and MTA by detecting new functional groups and peaks related to calcium selenite. The dispersion and integration of SeNPs into the MTA HP matrix were shown in the FESEM/EDX examination and further validated by the detection of selenium. SeNPs incorporated into MTA modified its setting time; the higher the concentration, the more shortening in the setting time. Besides, the incorporation resulted in a decrease in pH, hence a reduction in the alkalinity. Histopathologically, the study notably observed that 1% w/w SeNPs consistently exhibited minimal inflammation and absence of necrosis compared to other experimental groups. This group demonstrated significant improvement over time, with inflammation becoming absent in most samples with early reparative dentine formation by 14 days. Temporal analysis revealed a general decrease in inflammatory responses across all groups as the study progressed. Statistical analysis confirmed significant differences among the groups in terms of inflammatory intensity, tissue

necrosis, and reparative dentine formation at longer periods of time depending on the concentration of SeNPs that was added, highlighting the therapeutic potential of SeNPs-enhanced MTA HP in pulp healing processes.

Conclusions: The current study demonstrates that SeNPs incorporated into MTA HP exhibited a concentration-dependent shortening of setting time and alkalinizing capability. A 1% SeNPs formulation minimized inflammation and showed the formation of early and sustained reparative dentin bridges without pulp necrosis, indicating superior biocompatibility and accelerating the healing process, enhancing pulp tissue repair compared with a SeNPs-free cement or at other concentrations. These findings, taken together, suggest that the addition of 1% SeNPs to MTA promotes enhanced biocompatibility. Conversely, greater concentrations increased pulp inflammation, underscoring the need for careful optimization. The findings of the study showed that using 1% SeNPs-enhanced MTA as a direct pulp-capping agent has significant advantages, with promising implications for developing improved endodontic treatments.



جامعة الموصل
كلية طب الأسنان

دمج جسيمات السيليونيوم النانوية لمعدن ثلاثي أكسيد (MTA)
كماده تغطيه لبييه مباشره

أطروحة تقدمت بها

نجوان فاضل شهاب احمد

إلى

مجلس كلية طب الأسنان

جامعة الموصل

كجزء من متطلبات نيل شهادة

دكتوراه فلسفة في علوم طب الاسنان

بإشراف

الاستاذ

الدكتور هناء خليل اسماعيل

الاستاذ المساعد

الدكتورة نادية حميد سليمان

الخلاصة

اهداف الدراسة: صممت هذه الدراسة لتقييم الاستجابة النسيجية للرب الأسنان بعد إجراء تغطية لب السن المباشرة (DPC) باستخدام ثلاثي أكسيد المعادن الركام العالي اللدونة (MTA HP) مع جسيمات السيلينيوم النانوية (SeNPs) ولا سيما استكشاف التأثير على تعديل الخصائص البيولوجية لـ MTA HP. كانت الأسئلة الرئيسية التي تناولتها الدراسة هي: ما هو التركيز الأمثل لـ (SeNPs) لتعزيز الخصائص البيولوجية (MTA HP)؟ كيف تؤثر (SeNPs) على استجابة لب الأسنان لـ (DPC) باستخدام (MTA HP)؟ هل يمكن للمكاملات مع (SeNPs) تحسين نتائج الشفاء للرب مقارنةً بـ (MTA HP) وحده؟ من المفترض أنه مع دمج الـ (MTA HP) و (SeNPs)، ستحسن الكفاءة البيولوجية لـ (MTA HP)، مما سيؤدي إلى شفاء أفضل للرب لتحقيق نتائج سريرية أفضل. قامت الدراسة الحالية أيضًا بتحليل تأثير (SeNPs) المضافة على تحديد وقت تصلب وقلوية المادة والتغيرات المحتملة التي قد تحدث بعد الدمج.

المواد وطرق العمل: أجريت دراسة تجريبية بهدف توضيح تراكيز معينة من (SeNPs) من خلال تقييم شامل لتحديد وقت التصلب وخصائص المناولة، والتي تم أخذها في الاعتبار عند اختيار تراكيز الاختبار المختارة لمزيد من الدراسة في نموذج حيواني. تم إجراء توصيف شامل لـ (MTA HP) قبل وبعد دمج مع الـ (SeNPs) باستخدام التحليل الطيفي للأشعة تحت الحمراء لتحويل فورييه للانعكاس الكلي الموهن (ATR-FTIR)، وحيود الأشعة السينية (XRD) والفحص المجهر الإلكتروني لمسح الانبعثات الميدانية مع تحليل الأشعة السينية المشتتة للطاقة (FESEM/EDX). تم تقييم وقت التصلب، وتم اختبار قيمة الأس الهيدروجيني بمرور الوقت بعد 1 و 7 و 14 و 30 يوماً لتقييم نشاط القلوية للمادة المدمجة بتركيزات مختلفة من الجسيمات النانوية (0.5%، 1%، 1.5%، 2% وزن/وزن). بالنسبة للدراسة على الجسم الحي، تم استخدام 132 سناً من 12 كلباً ذكراً، مقسمة إلى 12 سن مجموعة السيطرة (بدون معالجه دوائيه) (عدد = 1 لكل كلب)؛ تم بعد ذلك تقسيم الأسنان الـ 120 المتبقية إلى خمس مجموعات حسب نوعية المعالجه المستخدمه: مجموعة السيطرة (معالجه دوائيه باستخدام الـ MTA HP) والمجموعات التجريبية، والتي تضمنت استخدام MTA HP مع تراكيز مختلفه من SeNPs (0.5%، 1%، 1.5%، 2% (n= 24),w/w) لكل مجموعة. تم إنشاء تجويف على كل سن وكشف اللب، وتم إجراء تغطية اللب، تليها مراقبة الكلاب لمدة 7 و 14 و 30 و 60 يوماً (العدد = 6 لكل فترة). تضمنت التقييمات النسيجية في نهاية كل فترة القتل الرحيم، واستخراج الفك العلوي والسفلي جراحياً وفحص المقاطع النسيجية، بما في ذلك شدة الالتهاب، والنخر وتكوين العاج التعويضي. تم إجراء التحليلات الإحصائية باستخدام برنامج SPSS 22.0

النتائج: تم إجراء دراسة موسعة حول دمج جسيمات السيلينيوم النانوية في مجموع ثالث أكسيد المعدن. وأكد التحليل الطيفي للأشعة تحت الحمراء لتحويل فورييه (ATR-FTIR) وحيود الأشعة السينية (XRD) التركيب الكيميائي والتفاعل الكيميائي بين SeNPs و MTA HP من خلال الكشف عن مجموعات وظيفية جديدة وقم مرتبطة بسيلينيت الكالسيوم. تم عرض دمج SeNPs في مصفوفة MTA HP في فحص FESEM/EDX وتم التحقق من صحتها بشكل أكبر من خلال اكتشاف السيلينيوم. قامت SeNPs المدمجة في MTA HP بتعديل وقت التصلب للمادة؛ كلما زاد التركيز، زاد تقليل وقت التصلب، أظهرت النتائج وجود علاقة غير خطية بين تركيز SeNPs ووقت التصلب علاوة على ذلك، أدى الدمج إلى انخفاض في درجة قيمة الأس الهيدروجيني، وبالتالي انخفاض في القلوية. هذا الانخفاض التدريجي في القلوية له آثار بيولوجية مهمة: الحفاظ على أنسجة اللب من النخر السطحي الذي قد يؤثر على القدرة التجديدية لـ MTA HP في تطبيقات طب الأسنان. أكدت النتائج أن MTA HP أظهر مستوى عالٍ من الرقم الهيدروجيني مع انخفاض ملحوظ في نشاط القلوية مع كل تركيز مدمج من SeNPs والذي يختلف بشكل كبير عن مجموعة السيطرة عبر فترات مختلفة عند $P \leq 0.0$. وأكدت الدراسات على الحيوانات أن جميع الحيوانات عاشت دون أي مضاعفات أثناء التجربة حتى الموعد المحدد. من الناحية التشريحية، لاحظت الدراسة بشكل خاص أن 1% وزن/وزن من SeNPs أظهر باستمرار الحد الأدنى من الالتهاب وغياب النخر مقارنة بالمجموعات التجريبية الأخرى. أظهرت هذه المجموعة تحسناً كبيراً بمرور الوقت، مع غياب الالتهاب في معظم العينات مع تكوين العاج التعويضي المبكر بعد 14 يوماً. كشف التحليل الزمني عن انخفاض عام في الاستجابات الالتهابية في جميع المجموعات مع تقدم الدراسة. أكد التحليل الإحصائي وجود اختلافات كبيرة بين المجموعات من حيث شدة الالتهاب ونخر الأنسجة وتكوين العاج التعويضي في فترة زمنية أطول اعتماداً على تركيز SeNPs الذي تمت إضافته، مما يسلط الضوء على الإمكانيات العلاجية لـ MTA HP المعززة بـ SeNPs في عمليات شفاء اللب.

الاستنتاجات: توضح الدراسة الحالية أن SeNPs المدمجة في MTA HP أظهرت تعزيزاً يعتمد على التركيز في تحديد وقت التصلب والقدرة القلوية. تركيبة 1% من SeNPs قللت من الالتهاب وأظهرت تكوين جسر عاج مرممة مبكرة ومستدامة دون نخر اللب، مما يشير إلى التوافق الحيوي الفائق وتسريع عملية الشفاء، ويعزز إصلاح أنسجة اللب مقارنةً بالأسمنت الخالي من SeNPs أو التراكيز الأخرى. تشير هذه النتائج، مجتمعة، إلى أن إضافة 1% من SeNPs إلى MTA يعزز التوافق الحيوي المعزز، وعلى العكس من ذلك، فإن التراكيز الأكبر تزيد من التهاب اللب، مما يؤكد الحاجة إلى التحسين الدقيق. تظهر نتائج الدراسة أن استخدام MTA المعزز بـ 1% SeNPs كعامل مباشر لتغطية اللب له مزايا كبيرة، مع آثار واعدة لتطوير علاجات لبية محسنة.