

UNIVERSIDADE SANTO AMARO

Programa de Doutorado em Odontologia

Isaías Donizeti Silva

Influência do conteúdo de partículas de carga nanométricas no grau de conversão e resistência da união de adesivo universal com propriedades bioativas

São Paulo 2022

Isaías Donizeti Silva

Influência do conteúdo de partículas de carga nanométricas no grau de conversão e resistência da união de adesivo universal com propriedades bioativas

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação *Stricto Sensu* da Universidade Santo Amaro UNISA, como requisito parcial para obtenção do título de Doutor em Odontologia.

Orientador: Prof. Dr. William Cunha Brandt

São Paulo 2022



Programa de Pós-graduação *Stricto Sensu*
Odontologia – Curso de Doutorado
Ata de Defesa

Ao primeiro dia do mês de agosto do ano de dois mil e vinte e dois, conforme Regimento Geral e Regulamento de Pós-graduação da UNISA teve início às 14h00min, o exame de Tese do doutoramento intitulada ***“Influência do conteúdo de partículas de carga manométricas no grau de conversão e resistência da união de adesivo universal com propriedades bioativas”***, do (a) doutorando (a) **Isaías Donizeti Silva**, regularmente matriculado (a) no programa de Doutorado Acadêmico em Odontologia – Área de Concentração em Implantodontia. Os requisitos exigidos foram cumpridos conforme registros constantes nos arquivos da Secretaria da Pós-graduação, segundo encaminhamento do Prof. Doutor Livre Docente Wilson Roberto Sendyk, Coordenador do Programa. Os trabalhos foram instalados pelo (a) orientador (a) e Presidente da Banca Examinadora Prof. Dr William Cunha Brandt, Doutor pela UNICAMP, Profa. Dra Letícia Cristina C Boaro, Doutora pela USP, Caio Vinicius G. Roman Torres, Doutor pela UNITAU, Prof. Wilson Cesar Kamimura Polo, Doutor pela MANDIC e Prof. Doutor Sergio Eduardo Tricta Quaresma, Doutor pela USP. A Banca Examinadora, tendo decidido aceitar a tese, passou à arguição do aluno (a). Encerrados os trabalhos deram, o parecer final conforme consta a seguir:

Prof. Doutor. William Cunha Brandt

Parecer: APROVADO Assinatura: 

Profa. Doutora Letícia Cristina Cidreira Boaro

Parecer: APROVADO Assinatura: 

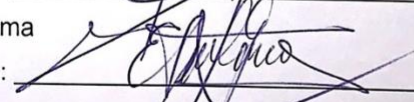
Prof. Doutor Caio Vinicius G. Roman Torres

Parecer: APROVADO Assinatura: 

Prof. Doutor Wilson Cesar Kamimura Polo

Parecer: APROVADO Assinatura: 

Prof. Doutor Sérgio Eduardo Tricta Quaresma

Parecer: APROVADO Assinatura: 

Campus I: Rua Professor Enéas de Siqueira Neto, 340, Jardim das Imbuías, São Paulo - SP

Campus II: Rua Isabel Schmidt, 349, Santo Amaro, São Paulo - SP

Campus III: Rua Humboldt, 29, Santo Amaro, São Paulo - SP

Campus IV: Rua Dr. Gabriel dos Santos, 30, Santa Cecília, São Paulo - SP

DEDICATÓRIA

Dedico o meu trabalho de doutorado a minha esposa Juliana de Miranda Cadaval Silva e meu filho Henrique Cadaval Silva, pela compreensão e carinho que tiveram nas horas ausentes e incentivo que me deram durante todo o período para a realização deste trabalho.

AGRADECIMENTOS

Ao prof. Dr. William Cunha Brandt por toda a orientação durante o trabalho de pesquisa.

Ao prof. Dr. Wilson Roberto Sendyk pela coordenação e conhecimentos os quais pude adquirir durante esta etapa.

Aos professores da pos-graduação da UNISA Prof. Dr. Caio Vinicius Gonçalves Romam-Torres, Profa. Dra. Debora Pallos, Profa. Dra. Leticia Cristina Cidreira Boaro, Profa. Dra. Angélica Castro Pimentel, Profa. Dra. Yeon Jung Kim, Profa. Dra. Heloisa Fonseca Marão, Profa. Dra. Márcia Hiromi Tanaka, Profa. Dra. Fabiana Martins e Martins de Oliveira, Profa. Dra. Luana de Campos

Ao prof. Dr. Mario Alexandre Coelho Sinhoreti que permitiu o uso do laboratório de matérias dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba – UNICAMP.

A empresa Yller pelo fornecimento do sistema adesivo personalizado para a pesquisa.

A aluna de iniciação científica Julia Noborikawa, pelo auxílio nos testes laboratoriais.

Aos colegas de Doutorado os quais compartilhamos conhecimento e experiências.

Aos funcionários do laboratório que deram todo suporte e atenção durante os testes.

A secretaria da pós-graduação sempre disponíveis e atenciosos para qualquer esclarecimento e orientação durante o Programa de Doutorado.

A CAPES pelo auxílio que possibilitou realizar esta pesquisa.

RESUMO

O objetivo do estudo foi analisar o efeito do conteúdo em massa de partículas de sílica nanométricas no grau de conversão (GC) e resistência da união (RU) de adesivo universal com propriedades bioativas após armazenamento de 24 h e 6 meses. Um adesivo comercial universal (YBond - Ylller) foi acrescido de diferentes percentuais em massa (0%, 3%, 5%, 7%, 10% e 15%) de sílica nanométrica com 7 nm e de 1% em massa de nanomontmorilonita (MMT) carregada com 10% de clorexidina, criando um total de 7 grupos. As amostras foram fotoativadas por uma fonte de luz de Diodo emissor de Luz (LED) (BluePhase, Ivoclar). Amostras retangulares (7 mm de comprimento x 2 mm de largura x 1 mm de espessura) foram confeccionadas em matriz de silicone e armazenadas 24 h e 6 meses em água destilada e estufa a 37°C (n=10). Em seguida, o GC foi analisado através de Espectroscopia de Infravermelho Transformada de Fourier (FTIR). Cento e quarenta dentes humanos foram usados para avaliação da resistência da união ao teste de microtração (n=10) com armazenamento de 24 h e 6 meses. Para análise estatística, foi utilizado análise de variância e teste de Tukey ($\alpha = 5\%$). A sílica nanométrica e MMT carregada com clorexidina não teve influência no GC após 6 meses de armazenamento exceto para o com 3% de Sílica que apresentou valores inferiores após 24 horas de armazenamento, no teste de RU os grupos não apresentaram diferenças estatísticas, e quanto ao padrão de falha houve prevalência das falhas adesivas e após armazenamento de 6 meses, um aumento nas falhas mistas e coesivas. Por tanto, dentro do período de 6 meses as partículas de carga bioativas não influenciaram no GC e RU do sistema adesivo.

PALAVRAS CHAVE: Adesivo universal, grau de conversão, resistência da união

ABSTRACT

The objective of the study was to analyze the effect of nanofillers in the degree of conversion (DC) and bond strength (RU) of universal adhesive with bioactive properties after 24 h and 6 months of storage. A commercial universal adhesive (YBond - Yllor) was loaded with different amount of nanofillers (0%, 3%, 5%, 7%, 10% and 15%) and 1% by mass of nanomontmorillonite (MMT) loaded with 10% chlorhexidine, creating 7 groups. The samples were photoactivated by an Light Emitting Diode (LED) light source (BluePhase, Ivoclar). Rectangular samples (7 mm long x 2 mm wide x 1 mm thick) were made in a silicon matrix and stored for 24 h and 6 months in distilled water and incubated at 37 °C (n = 10). After, the DC was analyzed by Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR). One hundred and forty human teeth were used to evaluate the bond strength (n = 10) with storage of 24 h and 6 months. For statistical analysis, ANOVA and Tukey test ($\alpha = 5\%$). The nanometric silica and MMT loaded with Chlorhexidine did not influence the GC after 6 months of storage, except for the one with 3% Silica, which showed lower values after 24 hours of storage, in the RU test the groups did not show statistical differences, and regarding the pattern of failure there was a prevalence of adhesive failures and after 6 months storage an increase in mixed and cohesive failures. Therefore, within the 6-month period, the bioactive filler particles did not influence the GC and RU of the adhesive system.

Keywords: Universal adhesive, degree of conversion, bond strength

Lista de ilustrações

Figura 1 - Comprimentos de onda FTIR.....	24
Figura 2 - Esquema de preparo dos dentes para os ensaios.....	26
Tabela 1 - Grau de conversão (GC - %) após 24 horas e 6 meses.....	27
Tabela 2 - Resistência da união (RU - MPa) após 24 horas e 6 meses.....	28
Gráfico 1 - Padrão de falha (%) após 24 h de armazenamento.....	29
Gráfico 2 - Padrão de falha (%) após 6 meses de armazenamento.....	29

LISTA DE SÍMBOLOS

BAPO	óxido bisaquil fosfínico
Bis-GMA	bisfenol glicidil metacrilato
BHT	butilhidróxitolueno
BPO	peróxido de benzoila
°C	graus celsius
cm	centímetro
CaPs	fosfato de cálcio
CHX	clorexidina
CQ	canforoquinona
DHEPT	N,N-dihidróxietil-p-toluidina
EBis-GMA	bisfenol glicidil metacrilato etoxilado
EDC	1-ethyl-3 (3- dimethylaminopropyl) carbodimide
FTIR	espectroscopia de infravermelho transformada de forrier
g	gramas
GC	grau de Conversão
h	horas
HEMA	Hidroxietil metacrilato
LED	Diodo Emissor de Luz
mm	milímetro
MMPs	metaloproteinases
MMT	nanomontimorilonita
MPa	mega pascal
Na-MMT	nanomontimorilonita com sódio
nm	nanômetro
PPD	1-fenil1,2 propadiona
RU	resistência da união
RUC	resistência da união ao cisalhamento
s	segundos
Si	sílica
SiO ₂	dióxido de sílica
TEGDMA	triétileno-glicol dimetacrilato
TTEGDMA	dimetacrilato de tetraetilenoglicol
µm	micrômetro

FÓRMULAS

(1) Fórmula para cálculo do grau de conversão (GC%).....	24
--	----

SUMÁRIO

1 – INTRODUÇÃO.....	11
2 – REVISÃO DE LITERATURA.....	13
3 – PROPOSIÇÃO.....	21
4 – MATERIAIS E MÉTODOS.....	22
4.1 Preparo dos adesivos experimentais.....	22
4.2– Análise do grau de conversão.....	23
4.3– Análise da resistência da união a microtração.....	25
4.4– Análise estatística.....	27
5 – RESULTADOS.....	28
6 – DISCUSSÃO.....	32
7 – CONCLUSÃO.....	34
REFERÊNCIAS.....	35
Anexo A – Parecer do comitê de ética a pesquisa (UNISA).....	37
Anexo B – Termo de doação de dentes.....	40

1 - INTRODUÇÃO

O avanço da Odontologia Adesiva tem proporcionado o desenvolvimento de técnicas restauradoras mais conservadoras, além de proporcionar uma união efetiva entre dente/restauração (ISOLAN CP et al., 2018; BORGES BC et al., 2012). Para tanto, os sistemas adesivos de 3 passos que utilizam o prévio condicionamento ácido da dentina e esmalte dentários, são considerados o padrão-ouro para a adequada união dos materiais restauradores resinosos ao substrato dental. Pois de acordo com estudos realizados, este sistema proporciona altos valores de resistência da união (PERDIGÃO, LOPES e GOMES, 2008; BRACKETT et al., 2006). Por outro lado, a técnica com condicionamento ácido prévio da dentina, ao longo do tempo, pode causar uma maior permeabilidade da dentina hibridizada, maior degradação da união e conseqüentemente, diminuição da resistência da união (MAZZONI A et al., 2018). Isso se deve principalmente a ativação de metaloproteinases que degradam o colágeno dental prejudicando a união dente/restauração (SINHA DJ et al., 2016).

Dessa forma, com o intuito de diminuir a ativação das metaloproteinases que degradam a união e também em diminuir o tempo clínico para a confecção de reabilitações adesivas, a simplificação dos sistemas adesivos tem ocorrido. Adesivos “universais” de frasco único foram desenvolvidos. Neste sistema adesivo, o primer ácido e a resina adesiva ficam alocados no mesmo frasco, reduzindo para 1 passo a técnica de aplicação do sistema adesivo (PASHLEY et al., 2011).

Contudo, os adesivos dentais ainda são o elo mais fraco das reabilitações dentais, proporcionando fendas marginais e conseqüentemente, a instalação de cáries secundárias (KEMP-SCHOLTE e DAVIDSON, 1990; HASHIMOTO et al., 2003). Essa limitação do sistema de união pode acarretar na necessidade de substituição das reabilitações e portanto, desgaste de tecido dental sadio. Esse problema pode ocorrer devido à baixa resistência mecânica do adesivo frente à tensão gerada pela contração de polimerização dos compósitos, além da fragilidade de sua estrutura polimérica muitas vezes porosa devido à presença de componentes hidrófilos em sua composição. (SANO et al., 1995; VAN LANDUYT et al., 2007). Dessa forma, com o intuito de melhorar a durabilidade da interface adesiva e as propriedades mecânicas da interface adesiva, têm-se incorporado na composição desses materiais resinosos partículas de carga inorgânicas, que variam entre 5 e 400 nm (VAN LANDUYT et al., 2007; CONDE et al., 2009; GIANNINI et al., 2011; SHARAN J et al., 2017). Essas partículas inorgânicas são acrescentadas com o intuito de reduzir a contração de

polimerização, aumentar a resistência coesiva e a qualidade do polímero formado, promovendo um melhor selamento da interface de união (VAN LANDUYT et al., 2007; CONDE et al., 2009).

A partícula de carga inorgânica incluída em pequenas proporções no adesivo dental precisa penetrar nos túbulos dentinários, para conferir uma uniformidade da distribuição das partículas de carga em toda a extensão da camada adesiva e camada híbrida (GIANNINI et al., 2011; SHARAN J et al., 2017). Sendo assim, devem-se incorporar partículas de carga de tamanho nanométrico nesses sistemas adesivos, com consequente possibilidade de integração das partículas inorgânicas em toda a extensão da resina adesiva aplicada. Um estudo prévio (CONDE et al., 2009) mostrou que a incorporação de 10% em peso de partículas de carga de 7 nm em resinas hidrófobas de sistemas adesivos convencionais de 3 passos pode melhorar a resistência coesiva desse material sem, no entanto, afetar o grau de conversão dessa estrutura polimérica resinosa.

Outro fator que também pode afetar a união dente/restauração é a degradação da união adesiva. Tanto o polímero adesivo como o colágeno presente na camada hibridizada podem sofrer degradação. Entretanto, a degradação do colágeno ainda é o maior problema (MAZZONI et al., 2018). Estudos tem mostrado que a aplicação prévia de clorexidina pode neutralizar as metaloproteinases que degradam o colágeno. Então, o desenvolvimento de adesivos bioativos, capazes de neutralizar as metaloproteinases seriam de extrema importância para aumentar a longevidade das reabilitações dentais. Sendo assim, partículas carreadoras como a nanomontmorilonita - MMT que podem liberar substâncias que inibam as metaloproteinases, como a clorexidina, podem ajudar nessa tarefa.

Novas formulações de adesivos dentais simplificados (frasco único), contendo diferentes incorporações em quantidade de partículas nanométricas de carga são importantes no intuito de se avaliar o desenvolvimento de agentes de união com melhores propriedades físico-mecânicas (DA SILVA TSP et al., 2018). Então, torna-se interessante avaliar o efeito da incorporação de diferentes quantidades de partículas inorgânicas nanométricas e partículas bioativas em adesivos universais no grau de conversão e resistência da união e assim analisar a viabilidade do desenvolvimento de adesivos bioativos.

2 – REVISÃO DE LITERATURA

A dentina afetada por cárie é um substrato mais desafiador para a adesão do que a dentina hígida, independentemente da abordagem adesiva utilizada. Isolan et al. (2018) relataram que adesivos de condicionamento e enxague, considerados o padrão ouro podem produzir maior resistência de união que os materiais autocondicionantes e que o método de remoção do tecido cariado pode alterar a camada de dentina superficial e influenciar nos resultados de resistência da união.

Borges BC et al. (2012) analisaram através do GC a influência do tempo de evaporação ativa ou passiva do solvente de sistemas adesivos comerciais de um passo comparado a adesivos de dois passos, e verificou que nos adesivos com solventes a base de álcool ou água se beneficiaram com maior tempo de evaporação independente da aplicação ou não de ar e os adesivos com solventes a base de acetona não foram influenciados pelas diferentes técnicas de evaporação do solvente.

Perdigão et al. (2008) estudaram a morfologia da interface restauradora de sistemas adesivos auto condicionantes de passo único comparados com um sistema adesivo de dois passos, através da Microscopia Eletrônica de Varredura por Emissão de Campo, e constatou que a camada hibridizada nos adesivos de dois passos era mais espessa de 3,4µm a 5,2µm, enquanto que nos adesivos de passo único em media menores que 1,0µm de espessura, entretanto a profundidade de hibridização não é primordial para magnitude da resistência da união em dentina, mas a profundidade da desmineralização do esmalte pode correlacionar com a resistência da união.

Ao comparar o selamento das margens de dentina e esmalte em 3 sistemas adesivos de resina autocondicionante com um sistema adesivo de condicionamento e enxágue Brackett et al. (2006) realizaram restaurações de resina composta Classe V em terceiros molares extraídos com 3 sistemas adesivos autocondicionantes: Adper Prompt L-Pop (3M Espe), iBond GI (Heraeus Kulzer) e Tyrian SPE (Bisco) , e um adesivo com condicionamento e enxágue, Adper ScotchBond Multi-Purpose (3M Espe), e não houve diferenças significativas para nenhum dos adesivos, mas Adper Prompt e iBond demonstraram infiltração significativamente maior do que o produto com condicionador e enxague. A incidência de infiltração da margem do esmalte diminuiu significativamente para os mesmos 2 produtos quando o condicionamento do esmalte precedeu o uso da resina. O condicionamento do esmalte aumentou o

vazamento ao longo das margens de dentina para todos os 3 produtos autocondicionantes, mas não significativamente.

Mazzonni A. et al. (2018) avaliaram a capacidade de um primer contendo 1-ethyl-3-(3-dimethylaminopropyl) carbodimide (EDC) aplicado durante procedimentos adesivos dentinário, afim de melhorar a resistência da união imediata do adesivo autocondicionante e ou de sistema adesivo com de ataque ácido e enxague e estabilizar a interface adesiva ao longo do tempo e verificou que o EDC não afetou a resistência de união imediata dos sistemas, e melhorou a resistência de união após 1 ano de envelhecimento; e o pré-tratamento com EDC seguido pela aplicação de Primer Clearfil SE resultou em uma inativação incompleta das MMPs, enquanto o prétratamento com EDC seguido pela aplicação de XP Bond que resultou em uma inativação quase completa das gelatinases dentinárias.

Sinha DJ et al. (2016) avaliaram a influência de três diferentes desinfetantes cavitários na remoção dos restos microbianos e relevância clínica na resistência da união ao cisalhamento (RUC) imediata e tardia de um sistema adesivo de dentina Prime Bond NT com condicionamento ácido e enxague, e observou através da microscopia eletrônica de varredura a interface resina – dentina, os resultados mostraram que a Clorexidina, o Aloe Vera e Neem melhoraram a resistência de união ao cisalhamento em comparação com o grupo controle para os testes imediatos e tardios.

Pashley et al. (2011) ao explorarem as oportunidades terapêuticas de cada etapa dos sistemas adesivos de condicionamento e enxague de 3 passos, que consiste no condicionamento ácido, aplicação de primer e por fim o adesivo relataram a importância de cada passo de modo que o condicionamento ácido além de remover minerais da dentina e expor as fibras colágenas para imbricamento do adesivo também tem ação bactericida, já o primer soluções ricas em água e Hidroxietil metacrilato (HEMA) molham o colágeno com monômeros hidrofílicos enquanto os adesivos selam a superfície hidrofóbica com a resina, tanto no condicionador ácido como no primer é possível conter agentes antibacterianos e estes ainda agirem como inibidores das seguintes metaloproteinases (MMPs) presentes no colágeno dentinário, MMPs -2, -3, -8, -9 e -20 e catepsinas, que uma vez ativadas em meio ácido podem degradar lentamente as fibrilas de colágeno da camada híbrida.

Segundo Kemp-Scholte e Davidson (1990) o uso de resinas compostas adesivas para restauração de lesões de Classe V muitas vezes resulta na formação de fenda da margem cervical devido a contração de polimerização, a redução da rigidez total pela aplicação de uma camada intermediária com cimento de ionômero de vidro ou uma resina de baixa viscosidade pode tornar as restaurações totais suficientemente flexíveis para compensar aquela parte da tensão que, de outra forma, excederia a resistência de união.

Para analisar a durabilidade da adesão a longo prazo com diferentes adesivos Hashimoto et al. (2003) utilizaram os testes de microtração e factografia com uso de microscopia eletrônica de varredura com diferentes tipos de adesivo após 24 horas 6 meses e 12 meses de armazenamento das amostras em água. Em dentes pré-molares humanos seccionados, foram realizados procedimentos de colagem conforme recomendações dos fabricantes e ainda com a superfície úmida e seca. E relatou que no adesivo de condicionamento total (GLUMA One Bond), a degradação da união está associada à eluição da resina para o adesivo da união úmida e do sistema de primer autocondicionante (One-Up Bond F). Em contraste, a hidrólise das fibras de colágeno desempenha um papel importante no declínio da força de união para a união seca.

Sano et al. (1995) realizaram de testes de tração com a hipótese de infiltração da resina na dentina humana desmineralizada e mineralizada, utilizou molares extraídos que foram cortados com discos ultrafinos para a aquisição de laminas com 0,5 mm de espessura com parte de esmalte e parte de dentina que foram fixados com diferentes sistemas adesivos nas bases para o teste. Os resultados sugeriram que a falha ocorre entre a resina adesiva e a superfície da camada híbrida, e que o adesivo após a infiltração na dentina desmineralizada pode ter valores de resistência a tração final superiores que na dentina mineralizada.

Van Landuyt et al. (2007) descreveram a composição química dos adesivos odontológicos e as propriedades e função específica de cada um dos componentes utilizados, independente do número de frascos um sistema adesivo normalmente contém monômeros de resina, iniciadores de cura, inibidores ou estabilizadores, solventes, e as vezes carga inorgânica. A capacidade adesiva do adesivo baseia-se numa dupla adesão, primeiro ao esmalte e dentina e segundo ao compósito de revestimento. Os adesivos são divididos em dois grupos principais, o primeiro que precisa de prévio condicionamento ácido e enxágue e o segundo grupo os autocondicionantes, todos possuem os ingredientes semelhantes, porém em

diferentes proporções, independente do número de frascos que possui. Os monômeros funcionais são os principais constituintes do adesivo, com apenas um grupo polimerizável e tem funções específicas; enquanto os monômeros reticulantes promovem uma maior resistência mecânica. Alguns monômeros podem hidrolisar para formar a camada HEMA-fosfato, porém tradicionalmente os primers possuem a função hidrofílica, enquanto os monômeros reticulantes são hidrofóbicos. Os monômeros de metacrilatos são muito mais comuns e os acrilatos que possuem uma cadeia metil adicional tem a vantagem de fácil reação e características incolores e insípido. O espaçador que normalmente é uma cadeia alquila, pode conter vários outros grupos como ésteres, amidas ou grupos aromáticos, e determina a viscosidade do monômero e seu comportamento de umedecimento e penetração. Os iniciadores são moléculas de baixa energia em pequenas quantidades que desencadeiam a reação de polimerização, dentre os fotoiniciadores mais populares está a Canforoquinona, e uma de suas principais desvantagens é sua cor amarelada que influencia na cor da resina adesiva, já o fotoiniciador 1-fenil1,2 propadiona (PPD) tem como vantagem sua cor amarela menos intensa. Os iniciadores químicos geralmente restritos a cimentos e resinas que não podem contar apenas com a luz de polimerização, para iniciar a polimerização necessitam da mistura do iniciador e do co-iniciador para começar a reação química, o mais comum em resinas autopolimerizáveis seria o peróxido de benzoila (BPO). Os inibidores adicionados as resinas dentárias são antioxidantes capazes de eliminar os radicais livres originados de iniciadores que reagiriam prematuramente, e um dos mais usados é o butilhidroxitolueno (BHT). Os solventes são indispensáveis para a união do adesivo a dentina, pois eles melhoram o comportamento de umedecimento do adesivo, baixa sua viscosidade e aumenta a capacidade de difusão na superfície micro retentiva do dente. Em Adesivos os solventes mais utilizados são água, etanol e acetona e suas características mais importantes são ponto de ebulição e capacidade de evaporação. As cargas podem ser colocadas no sistema adesivo para aumentar sua resistência à tração e modificar a viscosidade do adesivo e fazer com que a camada adesiva não seja tão fina, e ainda permitir a liberação de flúor e radiopacidade, e a maioria das resinas adesivas contém dióxido de Silício. Os fabricantes às vezes adicionam ingredientes específicos no adesivo como o copolímero polialcenóico para fornecer melhor estabilidade à umidade, outro ingrediente pode ser o glutaraldeído que foi introduzido no adesivo como agente dessensibilizante para o tratamento de raízes hipersensíveis e prevenir a dor pós operatória. Atualmente, a adição de agentes antibacterianos na formulação

do adesivo se tornou mais popular, com o principal objetivo de prevenir cáries recorrentes.

Para avaliar o efeito da adição de carga na resistência coesiva e grau de conversão (GC) de um sistema adesivo experimental, Conde et al. (2009) formularam um adesivo preenchido com nano partículas de sílica e submetido a testes de resistência a fratura, para determinar a resistência coesiva, calculada em MPa. O GC foi obtida por FTIR após fotopolimerização por 25 s. A análise de Weibull não revelou diferença significativa na confiabilidade estrutural entre os grupos, e a adição de 10% de carga em peso melhora a resistência coesiva do adesivo, não interferindo na confiabilidade estrutural ou no grau de conversão.

Giannini et al. (2011), avaliaram o efeito da adição de cargas inorgânicas em dois sistemas adesivos comerciais de fabricantes diferentes, em ambos os casos eram disponibilizados os adesivos com carga e sem carga. Foram confeccionadas amostras padrões dos adesivos e submetidos de resistência a flexão (MPa) e módulo flexural (MPa). Nos adesivos de um dos fabricantes (Dentsply), a adição de cargas promoveu maiores valores de resistência a flexão e módulo flexural, enquanto que no outro fabricante (3M), não foi observada diferenças significativas nos testes.

Segundo Sharan J et al. (2017) a nanotecnologia tem sido utilizada em ciências odontológicas para várias aplicações, como selantes e restaurações dentárias que usam partículas nanométricas para melhorar sua força, brilho e resistência ao desgaste. Nanopartículas antimicrobianas em materiais compósitos restauradores têm sido usadas para prevenir a cárie dentária, e também para melhorar a saúde do meio bucal. Sistemas de liberação de drogas a partir de nanopartículas têm sido utilizados para o tratamento de doenças periodontais e carcinoma bucal. Na odontologia preventiva, principalmente a Hidroxiapatita e seus derivados com carbonato de Zinco ou flúor, especialmente para o controle de biofilmes bacterianos e remineralização de cáries submicrométricas. Na periodontia, nano esferas e nanocápsulas podem liberar fármacos na bolsa periodontal de forma efetiva por um longo período de tempo e reduzir a frequência de administração de fármacos como o triclosan. Na Odontologia restauradora, tem sido buscado por novos compósitos dentários com nanocargas cerâmicas que ofereçam maior estética, resistência e durabilidade. Variedade de fosfatos de cálcio (CaPs), como hidroxiapatita têm sido estudados como cargas para tornar os compósitos dentários em liberadores de minerais. Nas próteses dentárias as nanopartículas de prata parecem ser meios

eficazes na profilaxia antimicrobiana quando incorporados em condicionadores de tecidos e melhora a saúde dos tecidos sob a prótese. As nanopartículas também têm sido estudadas na cirurgia Oral para produção de arcabouços de enxertos ósseos, na endodontia para desinfecção de canais radiculares, e no revestimento de fios de aço inoxidável ortodônticos como lubrificantes secos para reduzir as forças de atrito.

Através de revisão sistemática da Silva TSP et al. (2018), pesquisaram o desempenho de adesivos com e sem a adição de HEMA na sua composição e seu desempenho clínico em restaurações de lesões cervicais não cariosas, as vantagens da presença de HEMA podem estar relacionadas à sua eficácia inicial devido à hidrofiliabilidade, molhabilidade e miscibilidade, no entanto pode ser verificada a falha da interface da restauração a longo prazo e está relacionada ao aumento da atividade das metaloproteinases quando se utilizou adesivos com altas concentrações de HEMA em suas formulações, o que pode levar a uma degradação enzimática da interface.

Bagis & Rueggeberg (2000) examinaram a influência da temperatura pós-polimerização na quantidade de monômero residual em de resina composta fotopolimerizável comercial após fotopolimerização inicial e posterior aquecimento pós-polimerização submetidos a aquecimento pós-cura imediato (50, 75, 100 ou 125°C por 7 min) ou foram deixados sem aquecimento (controle). Eles foram então colocados em um solvente por duas semanas a 37°C para extrair o monômero que não reagiu. A análise determinou as quantidades de TEGDMA, BIS-GMA e EBIS-GMA remanescentes após os diferentes tratamentos o aquecimento pós-polimerização diminuiu significativamente a quantidade de monômero residual não reagido após o estágio inicial de fotopolimerização. Mesmo temperaturas pós-cura tão baixas quanto 50°C reduziram bastante os níveis de todos os tipos de monômeros residuais presentes.

Com o intuito de melhorar as propriedades mecânicas, aumentar a resistência de união à dentina e liberação de íons de flúor, Ritto et al. (2021) estudaram a inclusão de Nanoargila de Nanomontimorilonita (MMT) em compósitos dentários e constatou que a adição de MMT não comprometeu o comportamento geral das propriedades físico-mecânicas (resistência à flexão, módulo de elasticidade, sorção de água, solubilidade em água e expansão higroscópica) e permitiu a fabricação de compósitos com baixa citotoxicidade in vitro, e pode ser uma estratégia eficaz na formulação de novos compósitos dentários com aplicabilidade clínica.

Encalada-Alayola et.al. (2020) investigaram a influência do tipo de nanoargila em diferentes níveis de carga (0, 2, 4, 6, 8 e 10% em peso) nas propriedades das resinas compostas dentais. O dimetacrilato de tetraetilenoglicol (TTEGDMA) foi usado como comonômero em vez do monômero de dimetacrilato de trietilenoglicol (TEGDMA), como as viscosidades de ambos os monômeros são semelhantes, mas a massa molecular do TTEGDMA é maior do que o TEGDMA. O TTEGDMA é frequentemente utilizado não apenas em resinas comerciais, mas também em resinas restaurativas odontológicas experimentais, que nos testes de propriedades mecânicas constatou que os espectros de FTIR de resina pura e aquelas preparadas com nanocompósitos MMT foram muito semelhantes, provavelmente devido aos baixos teores de carga.

Solhi et al. (2012) adicionaram no adesivo experimental nanoargila montimorilonita com Sódio (Na-MMT) enxertada com Poli (ácido metacrilico) nas quantidades de 0,2, 0,5, 1, 2 e 5% em peso. A incorporação de 0,5% em peso de PMAA-g-nanoargila ao adesivo dental experimental resultou em um aumento significativo na resistência de união ao microcisalhamento, em comparação com outras concentrações de nanoargila.

Moharam et al. (2018) avaliaram a incorporação de digluconato de clorexidina no grau de conversão de uma resina adesiva experimental com 0,5% de nanocargas silanizadas de SiO₂, 0,5% e digluconato de clorexidina (0, 0,5, 1, 2 e 4% em peso) e analisaram o grau de conversão das amostras através de análise FTIR, e compararam com Adper Single Bond 2 que apresentou os maiores valores médios de grau de conversão seguidos por concentração de 0,5% em peso de clorexidina e depois 2% em peso seguido de concentrações de 4% em peso e 1% em peso, enquanto a concentração de 0% em peso apresentou os valores médios mais baixos, e mostrou que o digluconato de clorexidina teve pequena influência significativa na eficiência de polimerização da resina adesiva experimental.

Hammad et al. (2017) avaliaram a influência na resistência ao cisalhamento da cimentação de braquetes cimentados em dentes naturais com diferentes sistemas adesivos autocondicionantes com e sem adição de nanocargas de dióxido de sílica, os testes foram realizados 12 e 24 horas após a colagem, os adesivos com nano partículas apresentaram baixos valores de resistência de união e dentro dos níveis aceitáveis, e após o período de 24 horas de armazenamento apresentaram os valores mais altos.

Ardestani et al. (2021), investigaram o efeito da incorporação de nano fibras de sílica contendo nanopartículas de prata na resina comercial bulk-fill de baixa viscosidade. Diferentes proporções de sílica (0,5% em peso e 1,0% em peso) silanizadas ou não silanizadas, foram incorporadas na resina. A adição de sílica não comprometeu a radiopacidade do compósito, melhorou significativamente sua atividade antimicrobiana. No entanto alterou os parâmetros de cor e aumentou a rugosidade quando foram adicionadas nanofibras não silanizadas em maiores quantidades. A incorporação de nanofibras aumentou a dureza do material exceto quando foi adicionado em maior quantidade de partículas não silanizadas, e manteve sua resistência a flexão exceto nos grupos com maiores quantidades de partículas silanizadas, mesmo após o envelhecimento de 30 dias. A incorporação de 0,5% em peso de nanofibras silanizadas mostrou resultados promissores, devido a maior inibição de *Streptococcus mutans*, parâmetros de rugosidade e resistência à flexão adequados, além da dureza melhorada.

Althaqafi et al. (2022) ao avaliarem as propriedades mecânicas de um compósito dental a base de Bis-GMA autopolimerizante com catalizador de peróxido de benzoila e fotoiniciador BAPO, partículas de dióxido de sílica silanizada de 15 nanômetros, e porcentagens variadas de microcápsulas de TEGDMA-DHEPT com 120 μm . Realizou os testes de transmissão de luz, GC, Dureza, resistência à flexão e módulo de elasticidade. A transmissão de luz diminuiu conforme aumentou a quantidade de partículas de sílica. Para o GC os grupos não apresentaram diferenças estatísticas. Quanto a Dureza Vickers, nas superfícies das amostras diminuiu conforme aumentou as quantidades de microcápsulas nos compósitos, o mesmo aconteceu com resistência à flexão, enquanto o módulo de elasticidade não apresentou diferenças estatísticas entre os grupos. Por tanto, a adição de microcápsulas não melhorou as propriedades físicas do compósito. Uma maneira de melhorar as propriedades físicas do compósito é aumentar a porcentagem do conteúdo de carga, nano, micro e macropartículas distribuídas para tornar um compósito híbrido.

3 - PROPOSIÇÃO

Dessa forma, o propósito desse estudo foi analisar o efeito do conteúdo em massa de partículas de sílica nanométricas (0, 3%, 5%, 7%, 10% e 15%) no grau de conversão e resistência da união de adesivo universal com propriedades bioativas após armazenamento de 24 h e 6 meses.

A hipótese desse trabalho é que a incorporação das partículas sílica e nanomontmorilonita com clorexidina para a criação de um adesivo bioativo pode diminuir o grau de conversão do adesivo, independente do tempo de armazenamento. Entretanto, ao acrescentar ambas as partículas apesar da diminuição de grau de conversão a resistência da união seria aumentada principalmente após o período de 6 meses de armazenamento.

4 - MATERIAIS E MÉTODO

4.1 - Preparo dos adesivos experimentais

O adesivo autocondicionante universal comercialmente disponível YBond Universal (Yller Biomaterials, Pelotas, Brasil) foi preparado sem partículas de carga e utilizado como matriz padrão. A esse adesivo acrescentou 1% em peso da nanopartícula de Montmorilonita (MMT) carregada com 10% de clorexidina.

Porém, anteriormente a clorexidina foi incorporada na nanopartícula de Montmorilonita (MMT), que foi inserida em uma solução aquosa de clorexidina (CHX), numa proporção em peso equivalente a 10% peso em peso. A mistura foi realizada em constante agitação por 3 horas a uma temperatura de 80 °C. Após o processo de emulsão, o composto foi liofilizado por cerca de 6 horas.

Em seguida, diferentes quantidades de partículas de sílica nanométrica (7 nm, Aerosil 320, Degussa, Alemanha) foram acrescentadas ao adesivo bioativo.

Dessa forma, sete adesivos foram sintetizados:

- 1- Controle (C) – Adesivo Comercial;
- 2- Bioativo (B) – 1% MMT/CHX apenas;
- 3- Bioativo com 3% em massa de sílica (B3) – 1% MMT/CHX + 3% Si;
- 4- Bioativo com 5% em massa de sílica (B5) – 1% MMT/CHX + 5% Si;
- 5- Bioativo com 7% em massa de sílica (B7) – 1% MMT/CHX + 7% Si;
- 6- Bioativo com 10% em massa de sílica (B10) – 1% MMT/CHX + 10% Si;
- 7- Bioativo com 15% em massa de sílica (B15) – 1% MMT/CHX + 15% Si;

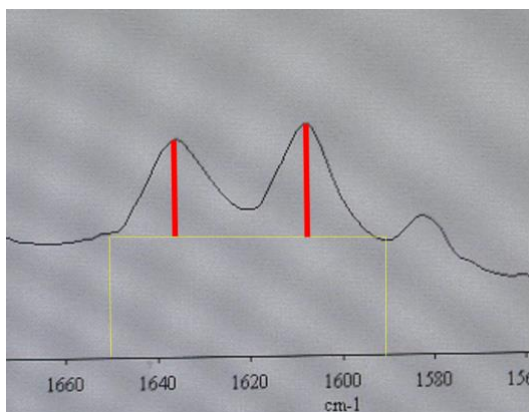
A fonte de luz emitida por diodos (LED) BluePhase (Ivoclar Vivadent, Liechtenstein) foi usada para a ativação de todas as amostras.

4.2 - Análise do grau de conversão

Para cada grupo (n=10), foram confeccionadas 20 amostras retangulares (7 mm comprimento x 2 mm largura x 1 mm espessura) em matriz de silicone de adição (Express XT, 3M ESPE, St. Paul, MN, USA) para cada adesivo. Uma fita de poliéster foi colocada no topo dos espécimes previamente ao procedimento de fotoativação. Após a fotoativação por 20 s com o LED BluePhase, as amostras foram armazenadas em água destilada e estufa a 37°C durante 24 horas e 6 meses. O grau de conversão dos adesivos foi realizado em Espectroscopia de infravermelho transformada de Fourier - FTIR (Spectrum 100 Optica; PerkinElmer, MA, USA), com um elemento de refletância total atenuada acoplado – (ATR), o qual possui um cristal horizontal de Seleneto de Zinco (Pike Technologies, Madison, WI, USA) no centro que funciona como substrato ativo para os raios infra-vermelhos.

Para a mensuração, inicialmente uma gota do adesivo experimental não polimerizada foi colocada sobre o cristal de seleneto de zinco do aparelho FTIR, em seguida os espécimes polimerizados foram posicionados um de cada vez para leitura. Assim, foram obtidos espectros infravermelhos com auxílio do “software” Spectrum (PerkinElmer) presente em um microcomputador ligado ao espectrômetro. O programa foi utilizado no modo de monitoramento da varredura, usando a apodização Happ-Genzel, com resolução de 4 cm^{-1} e os espectros (32 scans) sendo coletados no intervalo de 1665 a 1580 cm^{-1} . O cálculo do grau de conversão foi realizado baseado na proporção entre as duplas ligações de carbono alifáticas e aromáticas, usadas como padrão interno, nos estados polimerizados e não polimerizados. Durante a reação de polimerização, a absorbância das duplas ligações de carbono aromáticas permanece constante, enquanto que há redução da quantidade de duplas ligações alifáticas (- C = C -). A dupla ligação de carbono alifática absorve a energia no comprimento de onda de 1638 cm^{-1} , enquanto que a aromática no comprimento de 1608 cm^{-1} (Figura 1).

Figura 1 – Picos de comprimentos de onda alifática 1638 cm^{-1} e aromática 1608 cm^{-1} .



Fonte: autoria própria

Para o cálculo, foi utilizada a técnica de baseline Rueegeberg et al., (1990), traçado pelo próprio “software” Spectrum. A partir desta, foram mensurados alguns parâmetros pelo próprio “software”. A intensidade corrigida dos picos observados nos comprimentos de onda 1638 e 1608 cm^{-1} foi utilizada na seguinte fórmula: $R = \text{intensidade em } 1638\text{cm}^{-1} / \text{intensidade em } 1608\text{cm}^{-1}$, sendo o grau de conversão (%) calculado pela seguinte fórmula:

$$GC(\%) = \left[100 - \left[\frac{\frac{1638 \text{ cm}^{-1}}{1608 \text{ cm}^{-1}} \text{ polimerizado}}{\frac{1638 \text{ cm}^{-1}}{1608 \text{ cm}^{-1}} \text{ não polimerizado}} \right] \right] \times 100 \quad (1)$$

Grau de conversão (%) = 100 – Ligações duplas residuais (%)

4.3 - Análise da resistência da união a microtração

Este trabalho foi previamente aprovado pelo comitê de ética a pesquisa da Universidade Santo Amaro (UNISA) com número do parecer 4.989.582, conforme Anexo A. Foram utilizados 140 dentes molares humanos extraídos por razões terapêuticas em consultório particular e doados após assinatura do termo de doação de dentes Anexo B. Após limpeza os dentes foram e mantidos em água destilada sob refrigeração.

Os dentes foram abrasionados a partir do esmalte oclusal com lixas de carvão de silício granulação nº 220 e 400 (3M Abrasives, St. Paul, MN, USA) até a obtenção de superfícies planas de dentina média, e posteriormente lixadas à mão durante 20 s, com lixas nº 600 (3M Abrasives, St. Paul, MN, USA) para criar lama dentinária recémformada padronizada. Os dentes foram separados aleatoriamente em 7 grupos e será realizada a adesão da seguinte forma:

O adesivo YBond Universal foi aplicado ativamente com o auxílio de um microaplicador sobre toda a superfície de dentina preparada do dente durante 20 s. Em seguida o solvente foi evaporado com jato de ar e uma outra camada de YBond Universal foi aplicada e o passo de evaporação do solvente repetido. A fotoativação foi realizada durante 20 segundos.

Após restaurações de resina composta Filtek Z350 (3M ESPE, St. Paul, MN, EUA) cor A1, com diâmetro de 6 mm e espessura de 2 mm foram confeccionadas. A resina composta foi inserida em uma matriz de silicone por adição contendo uma cavidade com as dimensões acima, posicionada sobre uma placa de vidro, em camada única, com leve excesso. Em seguida, foi posicionada uma tira de poliéster e colocado sobre a tira um peso de 500g. Após 10s, o peso foi removido e realizada a fotoativação dos discos de resina composta durante 40s com o aparelho fotoativador BluePhase II.

Em seguida, os dentes restaurados foram armazenados em água e ambiente escuro a 37 °C, durante 24 h. Após este período, os dentes foram cortados e testados ou armazenados conforme descrito nas metodologias dos testes a seguir (Figura 2).

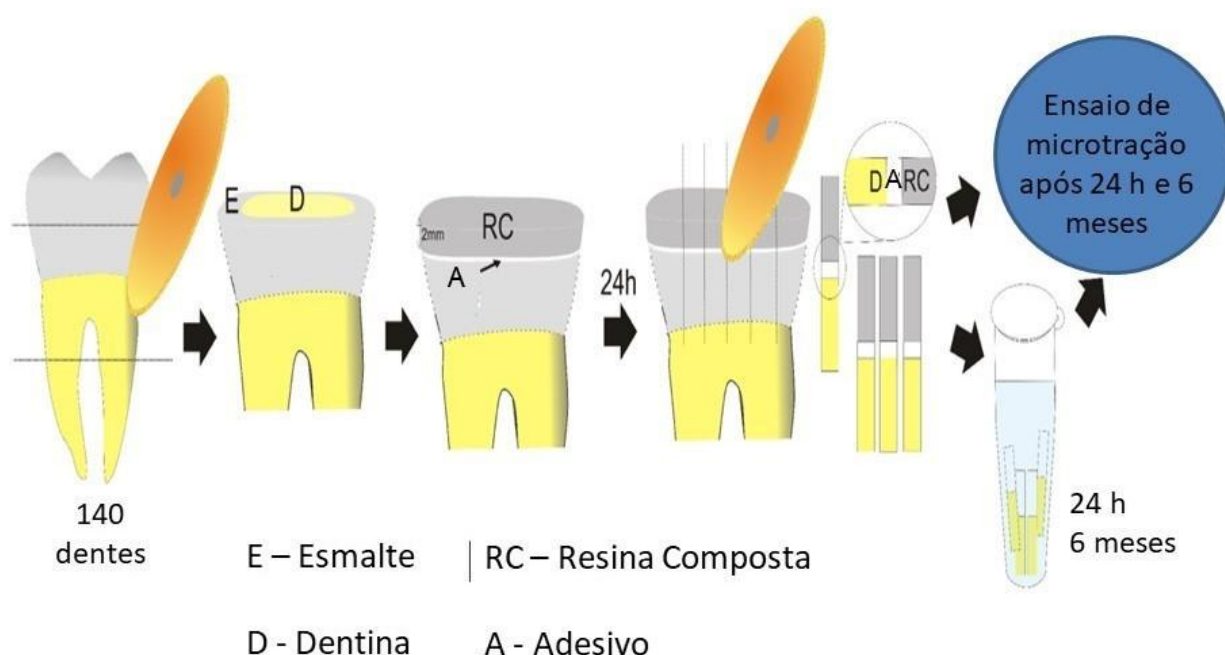


Figura 2 – Esquema de preparo dos dentes para os ensaios, após 24 horas ou 6 meses de armazenamento.

Após o período de armazenamento de 24 h os dentes foram seccionados, para a obtenção de palitos, com área de secção transversa de aproximadamente 1 mm^2 . Metade dos palitos obtidos em cada grupo foi avaliada imediatamente (24 h). Para isso, foram fixados no dispositivo para microtração acoplado à máquina de ensaio universal (EMIC DL500, São José dos Pinhais, Brasil) e tracionados com velocidade $0,5 \text{ mm/min}$. A resistência da união foi calculada dividindo a força em N necessária para a falha pela área verificada para cada espécime e expressa em MPa.

A outra metade dos palitos obtidos em cada grupo foram envelhecidos. Para isso, permaneceram armazenados imersos em água durante 6 meses, em estufa a 37°C , sendo trocada a água a cada 15 dias. Após este período, foram submetidos ao teste de microtração da mesma forma que os palitos de 24 h.

Para análise do padrão de fratura, as amostras foram visualizadas com o auxílio de um microscópio óptico com um aumento de 40X, sendo classificadas como adesivas, coesivas (na dentina ou resina composta) ou mistas (combinação de adesivas e coesivas).

4.4 - Análise estatística

Todos os dados foram submetidos à análise de variância dois fatores (two-way ANOVA) – fator composição do adesivo e armazenamento. Após, as médias de cada análise foram comparadas pelo teste de Tukey (5%).

5 - RESULTADOS

De acordo com os resultados e análise estatística, os adesivos que foram incorporados MMT carregadas com clorexidina e sílica nanométrica, após o período de 24 hs apenas o grupo com 3% de sílica teve valores de GC estatisticamente inferiores, e após o período de armazenamento de 6 meses este grupo apresentou valores médios de GC semelhantes aos demais grupos com diferentes concentrações de sílica. As tabelas 1 e 2 demonstram os valores de grau de conversão e resistência da união, respectivamente.

Tabela 1. Valores médios e desvio padrão de grau de conversão (GC - %) após 24 horas e 6 meses.

Grupos	GC (%) – 24 horas	GC (%) – 6 meses
C	87,1 (3,2) ab, A	88,8 (2,9) a, A
B	69,7 (7,2) ab, A	89,1 (7,2) a, A
B 3	69,1 (1,8) b, B	93,4 (1,2) a, A
B 5	84,5 (9,5) ab, A	91,2 (9,6) a, A
B 7	92,6 (10,4) a, A	95,5 (6,2) a, A
B 10	91,3 (14,1) ab, A	89,9 (11,8) a, A
B 15	69,8 (3,7) ab, A	87,5 (6,6) a, A

Letras minúsculas comparação na coluna. Letras maiúsculas comparação na linha

Quando a presença de nanomontimorilonita com clorexidina e nanopartículas de sílica foi avaliada através da resistência da união, não existiu diferenças estatísticas após o período de 24 hs e após 6 meses de armazenamento.

Tabela 2. Valores médios e desvio padrão de resistência da união (RU - MPa) após 24 horas e 6 meses

Grupos	RU (MPa) – 24 horas	RU (MPa) - 6 meses
C	11,6 (3,7) a, A	8,9 (2,1) a, A
B	9,5 (2,9) a, A	9,1 (3,7) a, A
B 3	9,3 (3,3) a, A	9,5 (2,8) a, A
B 5	10,8 (1,9) a, A	9,8 (2,2) a, A
B 7	13,1 (2,7) a, A	9,2 (2,5) a, A
B 10	11,7 (3,9) a, A	9,9 (3,1) a, A
B 15	9,1 (3,4) a, A	9,7 (3,9) a, A

Letras minúsculas comparação na coluna. Letras maiúsculas comparação na linha

Os gráficos 1 e 2 mostram o padrão de falha após 24 hs e 6 meses, respectivamente.

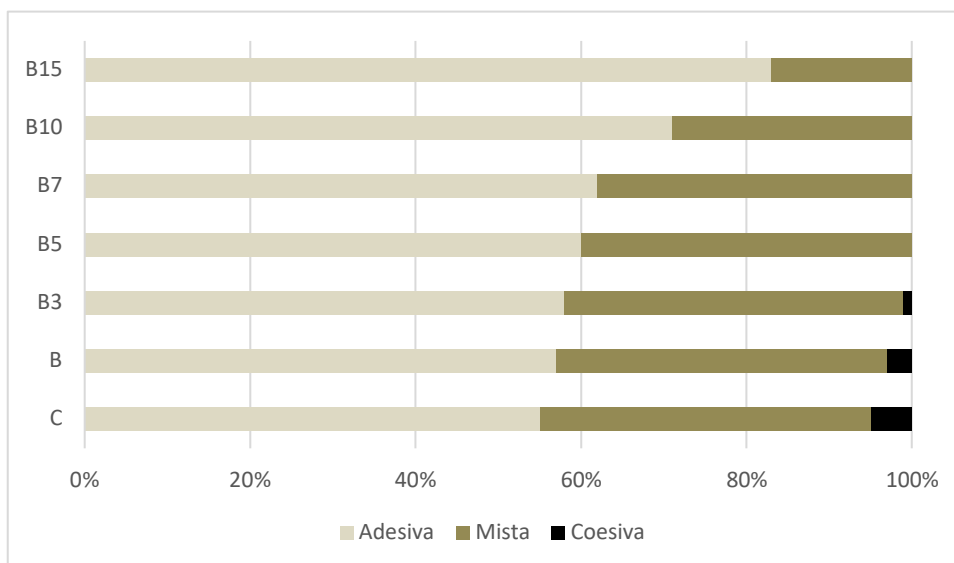


Gráfico 1. Padrão de falha (%) após 24 h de armazenamento.

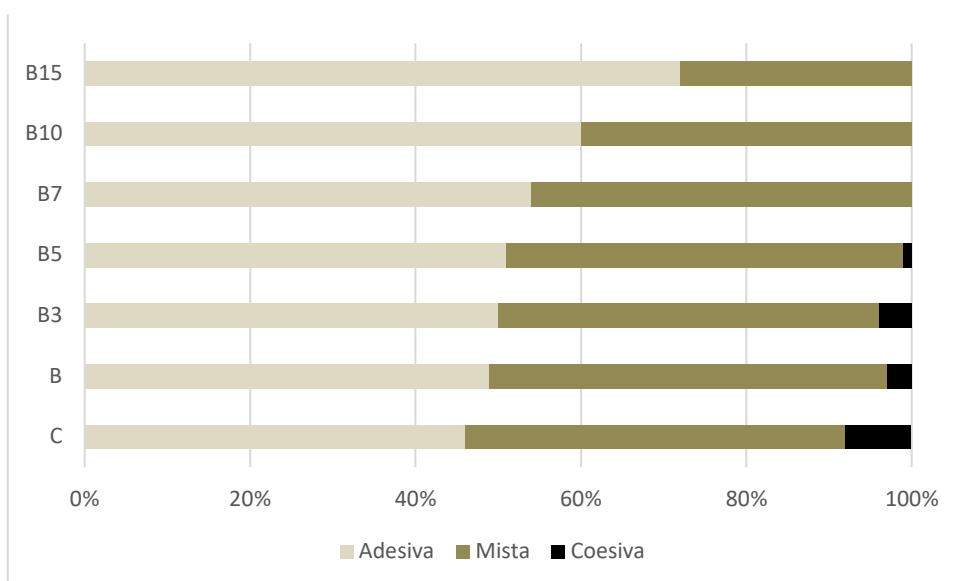


Gráfico 2. Padrão de falha (%) após 6 meses de armazenamento

A análise do padrão de falha demonstrou que independentemente do tempo de armazenamento, houve uma prevalência de falhas adesivas para todos os grupos analisados. Entretanto, nota-se que a quantidade de falhas adesivas foi maior conforme aumentou a porcentagem de partículas de carga entre os grupos.

Com relação ao armazenamento, nota-se um aumento da quantidade de falhas mistas e coesivas após 6 meses de armazenamento em relação as análises após 24 h de armazenamento.

6 - DISCUSSÃO

No presente estudo a hipótese foi rejeitada, pois as partículas de Nanomontimorilonita não causaram a diminuição do grau de conversão quando acrescida no adesivo experimental, principalmente após o período de seis meses de armazenamento. Entretanto, como dito na hipótese, o adesivo experimental manteve as propriedades de resistência da união, tanto no momento imediato como seis meses após o período de armazenamento. Em outro estudo Ritto et al. (2021) verificou que a inclusão de nanoargilas de MMT permitiu a fabricação de compósitos odontológicos com baixa citotoxicidade e baixa contração de polimerização, sem comprometer o comportamento geral de suas propriedades físico-mecânicas como resistência à flexão, módulo de elasticidade, sorção de água, solubilidade em água e propriedades higroscópicas. Encalada-Alayola et al. (2020) com diferentes tipos de nanoargilas e diferentes concentrações incorporadas em resinas dentais a base de BisGMA/TEGDMA em testes de propriedades mecânicas constatou que os espectros de FTIR de resina pura e aquelas preparadas com nanocompósitos MMT foram muito semelhantes, provavelmente devido aos baixos teores de carga. Moharam et al. (2018) adicionou digluconato de clorexidina com nanocargas silanizadas de SiO₂, e analisaram o grau de conversão das amostras através de análise FTIR, ao comparar com Adper Single Bond 2, mostrou que o digluconato de clorexidina teve influência significativa na eficiência de polimerização da resina adesiva experimental.

O grupo com MMT e 3% de Sílica apresentou valores menores de grau de conversão imediato se comparado com o grupo com 7% de Sílica, e ambos semelhantes ao grupo controle, isto pode ter ocorrido devido a diferença de quantidade de SiO em cada grupo o que contribuiu para um espalhamento do feixe de luz durante a fotopolimerização, e assim uma dispersão da luz menos uniforme no grupo com menor quantidade de SiO. Entretanto, após o período de armazenamento de 6 meses de armazenamento os valores de grau de conversão do mesmo grupo teste não teve diferença do grupo controle, e isto pode ter ocorrido por um efeito pós cura influenciado pela temperatura de armazenamento (37° C), meio de armazenamento (água) o que favorece a lixiviação de monômeros residuais e maior tempo para continuidade da reação de polimerização. Bagis & Rueggeberg (2000) constatou que as quantidades de TEGDMA, BIS-GMA e EBIS-GMA remanescentes após os diferentes tratamentos, o aquecimento pós-polimerização diminuiu significativamente a quantidade de monômero residual não reagido após o estágio

inicial de fotopolimerização. Mesmo temperaturas pós-cura tão baixas quanto 50°C reduziram bastante os níveis de todos os tipos de monômeros residuais presentes.

Em relação a resistência de união, o presente estudo não apresentou diferença significativa entre os grupos independente da quantidade de cargas de sílica manométrica adicionada ao adesivo. Hammad et al. (2017), verificou diferentes sistemas adesivos autocondicionantes com e sem de adição nanocargas de dióxido de sílica, e os adesivos com nano partículas apresentaram baixos valores de resistência de união após 12 horas e após o período de de 24 horas de armazenamento, apresentaram os valores mais altos.

A incorporação de MMT+Cloroxidina tinha como objetivo promover a inibição das metaloproteinases que prejudicam a manutenção da RU de adesivos dentinários. Dessa forma, a adição das partículas assim como no grupo controle mantiveram a RU semelhantes, e podemos analisar que a manutenção dos valores de RU foi devido ao tempo curto de armazenamento (6 meses) o que não foi suficiente para acarretar diferenças na RU entre o grupos testes e controle no qual diminuiria os valores de RU.

O padrão de falha demonstrou que a maior incorporação de partículas de carga de SiO₂ diminuiu a prevalência de falhas mistas e coesivas. Isso provavelmente ocorreu devido a um aumento das propriedades mecânicas do adesivo o qual resistiu mais ao teste de tração durante a avaliação da RU, levando a um aumento das falhas adesivas. Por outro lado, após o maior tempo de armazenamento (6 meses), houve um aumento geral de falhas mistas e coesivas. É sabido que quando expostos a meios aquosos os adesivos podem sofrer degradação, e conseqüentemente, diminuição de suas propriedades mecânicas, justificando o aumento de falhas mistas e coesivas. Solhi et al. (2012) no adesivo experimental adicionou em diferentes concentrações em peso nanoargila montimorilonita com Sódio (Na-MMT) enxertada Poli (ácido metacrilico), incorporação de 0,5% em peso de PMAA-g-nanoargila ao adesivo dental experimental resultou em um aumento significativo na resistência de união ao microcissalhamento, em comparação com outras concentrações de nanoargila.

Dessa forma, a realização de estudos com maior tempo de armazenamento seria de grande relevância para avaliar, principalmente, a ação do MMT na camada híbrida, e conseqüentemente, nos valores de RU ao longo do tempo.

7 - CONCLUSÃO

A incorporação de partículas bioativas (MMT+CHX) e partículas de carga para reforço (SiO₂) não interferiram no grau de conversão e resistência da união do adesivo universal, mesmo após 6 meses de armazenamento.

REFERÊNCIAS

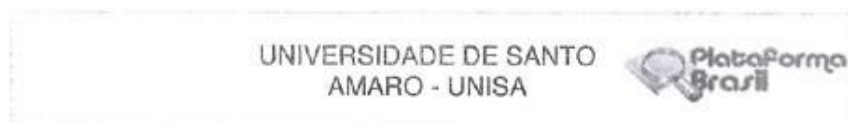
1. Isolan CP, Sarkis-Onofre R, Lima GS, Moraes RR. Bonding to Sound and Caries-Affected Dentin: A Systematic Review and Meta-Analysis. *J Adhes Dent*. 2018;20(1):7-18. doi: 10.3290/j.jad.a39775.
2. Borges BC, Souza-Junior EJ, Brandt WC, Loguercio AD, Montes MA, Puppim-Rontani RM, Sinhorette MA. Degree of conversion of simplified contemporary adhesive systems as influenced by extended air-activated or passive solvent volatilization modes. *Oper Dent*. 2012 May-Jun;37(3):246-52. doi: 10.2341/11-248-L. Epub 2012 Feb 7.
3. Perdigão J, Lopes MM e Gomes G. In vitro bonding performance of self-etch adhesives: II – ultramorphological evaluation. *Oper Dent* 2008;33: 534-549.
4. Brackett MG, Brackett WW, Haisch LD. Microleakage of class V resin composites placed using self-etching resins: effect of prior enamel etching. *Quint Int* 2006; 37:109113.
5. Mazzoni A, Angeloni V, Comba A, Maravic T, Cadenaro M, Tezvergil-Mutluay A, Pashley DH, Tay FR, Breschi L. Cross-linking effect on dentin bond strength and MMPs activity. *Dent Mater*. 2018 Feb;34(2):288-295. doi: 0.1016/j.dental.2017.11.009.
6. Sinha DJ, Jaiswal N, Vasudeva A, Garg P, Tyagi SP, Chandra P. Comparative evaluation of the effect of chlorhexidine and Aloe barbadensis Miller (Aloe vera) on dentin stabilization using shear bond testing. *J Conserv Dent*. 2016 Sep/Oct;19(5):406-9. doi: 10.4103/0972-0707.190017.
7. Pashley DH, Tay FR, Breschi L, Tjäderhane L, Carvalho RM, Carrilho M, Tezvergil-Mutluay. State of the art etch-and-rinse adhesives. *Dent Mat* 2011;27: 1-16.
8. Kemp-Scholte CM, Davidson CL. Complete marginal seal of class V resin composite restorations. *J Dent Res* 1990;69: 1240-3.
9. Hashimoto M, Ohno H, Sano H, Kaga M, Ogushi H. Degradation patterns of different adhesives and bonding procedures. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 2003;66:

324-30.

10. Sano H, Takatsu T, Ciucchi B, Russell CM, Pashley DH. Tensile properties of resin-infiltrated demineralized human dentin. *J Dent Res* 1995;64: 1093-102.
11. Van Landuyt KL, Snauwaert J, De Munk J, Peumans M, Yoshida Y, Poitevin A, et al. Systematic review of the composition of contemporary dental adhesives. *Biomater* 2007;28: 3757-85.
12. Conde MCM, Zanchi CH, Rodrigues-Junior SA, Carreño NLV, Ogliaeri FA, Piva E. Nanofiller loading level: influence on selected properties of a resin adhesive. *J Dent* 2009;37: 331-335.
13. Giannini M, Mettenberg D, Arrais CAG, Rueggeberg FA. The effect of filler addition on biaxial flexure strength and modulus of commercial dentin bonding systems. *Quint Int* 2011;42: e39-e43.
14. Sharan J, Singh S, Lale SV, Mishra M, Koul V, Kharbanda P. Applications of Nanomaterials in Dental Science: A Review. *J Nanosci Nanotechnol*. 2017 Apr;17(4):2235-255.
15. da Silva TSP, de Castro RF, Magno MB, Maia LC, da Silva E Souza MH Júnior. Do HEMA-free adhesive systems have better clinical performance than HEMA-containing ones in non-carious cervical lesions? A systematic review and meta-analysis. *J Dent*. 2018 Apr 9. pii: S0300-5712(18)30074-5. doi: 10.1016/j.jdent.2018.04.005.
16. Bagis YH, Rueggeberg FA. The effect of post-cure heating on residual, unreacted monomer in a commercial resin composite. *Dent Mater* 2000; 16:244-247.
17. Ritto FP, da Silva EM, Borges ALS, Borges MAP, Sampaio-Filho HR. Fabrication and characterization of low-shrinkage dental composites containing montmorillonite nanoclay. *Odontology*. 2022 Jan;110(1):35-43. doi: 10.1007/s10266-021-00629-w. Epub 2021 Jun 22. PMID: 34156565.
18. Encalada-Alayola JJ, Veranes-Pantoja Y, Uribe-Calderón JA, Cauich-Rodríguez JV, Cervantes-Uc JM. Effect of Type and Concentration of Nanoclay on the Mechanical

- and Physicochemical Properties of Bis-GMA/TTEGDMA Dental Resins. *Polymers (Basel)*. 2020 Mar 6;12(3):601. doi: 10.3390/polym12030601. PMID: 32155803; PMCID: PMC7182935.
19. Solhi L, Atai M, Nodehi A, Imani M. A novel dentin bonding system containing poly (methacrylic acid) grafted nanoclay: synthesis, characterization and properties. *Dent Mater*. 2012 Oct;28(10):1041-50. doi: 10.1016/j.dental.2012.06.004. Epub 2012 Jul 12. PMID: 22795491.
20. Moharam LM, Salem HN, Elgamily HM. The effect of incorporating different concentrations of chlorhexidine digluconate on the degree of conversion of an experimental adhesive resin. *J Clin Exp Dent*. 2018 Apr 1;10(4):e371-e377. doi: 10.4317/jced.54391. PMID: 29750099; PMCID: PMC5937954.
21. Hammad SM, El-Wassefy N, Maher A, Fawakerji SM. Effect of nanotechnology in selfetch bonding systems on the shear bond strength of stainless steel orthodontic brackets. *Dental Press J Orthod*. 2017 Feb;22(1):47-56. doi: 10.1590/21776709.22.1.047-056.oar. PMID: 28444018; PMCID: PMC5398842.
22. Ardestani SS, Bonan RF, Mota MF, Farias RMDC, Menezes RR, Bonan PRF, Maciel PP, Ramos-Perez FMM, Batista AUD, da Cruz Perez DE. Effect of the incorporation of silica blow spun nanofibers containing silver nanoparticles (SiO₂/Ag) on the mechanical, physicochemical, and biological properties of a low-viscosity bulk-fill composite resin. *Dent Mater*. 2021 Oct;37(10):1615-1629. doi: 10.1016/j.dental.2021.08.012. Epub 2021 Sep 1. PMID: 34479726.
23. Abid Althaqafi K, Alshabib A, Satterthwaite J, Silikas N. Properties of A Model SelfHealing Microcapsule-Based Dental Composite Reinforced with Silica Nanoparticles. *J Funct Biomater*. 2022 Feb 14;13(1):19. doi: 10.3390/jfb13010019. PMID: 35225982; PMCID: PMC888393.

Anexo A – Parecer do comitê de ética a pesquisa (UNISA)

**PARECER CONSUBSTANCIADO DO CEP****DADOS DO PROJETO DE PESQUISA**

Título da Pesquisa: Influência do conteúdo de partículas de carga nanométricas no grau de conversão e resistência da união de adesivo universal com propriedades bioativas

Pesquisador: ISAIAS DONIZETI SILVA

Área Temática:

Versão: 4

CAAE: 46605121.4.0000.0061

Instituição Proponente: OBRAS SOCIAIS E EDUCACIONAIS DE LUZ

Patrocinador Principal: Financiamento Próprio

DADOS DO PARECER

Número do Parecer: 4.989.582

Apresentação do Projeto:

Não houve alteração.

Objetivo da Pesquisa:

Não houve alteração.

Atualização dos Riscos e Benefícios:

Não houve alteração.

Comentários e Considerações sobre a Pesquisa:

Não houve alteração.

Considerações sobre os Termos de apresentação obrigatória:

Na última relatoria havia ficado pendente a assinatura do termo de confidencialidade pelo pesquisador.

Documento apresentado e assinado.

Conclusões ou Pendências e Lista de Inadequações:

Aprovado.

Considerações Finais a critério do CEP:

Endereço: Rua Profª Enfas de Siqueira Neto, 340
Bairro: Jardim das Imbuías CEP: 02.450-000
UF: SP Município: SAO PAULO
Telefone: (11)2141-8687 E-mail: pesquisa.unisa@unisa.br

Continuação do Parecer: 4.989.582

Este parecer foi elaborado baseado nos documentos abaixo relacionados:

Tipo Documento	Arquivo	Postagem	Autor	Situação
Informações Básicas do Projeto	PB_INFORMAÇÕES_BÁSICAS_DO_PROJETO_1680827.pdf	16/09/2021 11:05:19		Aceito
Declaração de concordância	Compromissoconfidencialidade.pdf	14/09/2021 19:15:44	ISAIAS DONIZETI SILVA	Aceito
Folha de Rosto	FRIsaias.pdf	17/08/2021 09:59:37	ISAIAS DONIZETI SILVA	Aceito
Cronograma	CRONOGRAMA.docx	16/06/2021 11:36:09	ISAIAS DONIZETI SILVA	Aceito
Declaração de Instituição e Infraestrutura	ANUENCIA.docx	16/06/2021 11:31:19	ISAIAS DONIZETI SILVA	Aceito
TCLE / Termos de Assentimento / Justificativa de Ausência	JUSTIFICATIVAQUESTIONARIO.docx	16/06/2021 11:28:47	ISAIAS DONIZETI SILVA	Aceito
TCLE / Termos de Assentimento / Justificativa de Ausência	Assentimento.docx	16/06/2021 11:28:09	ISAIAS DONIZETI SILVA	Aceito
TCLE / Termos de Assentimento / Justificativa de Ausência	TCLE.docx	16/06/2021 11:27:25	ISAIAS DONIZETI SILVA	Aceito
Declaração de Instituição e Infraestrutura	copartic.docx	16/06/2021 11:22:44	ISAIAS DONIZETI SILVA	Aceito
Projeto Detalhado / Brochura Investigador	ProjetoIsaias.docx	20/04/2021 18:44:55	ISAIAS DONIZETI SILVA	Aceito
Outros	comiteeticaunisa.docx	20/04/2021 18:43:11	ISAIAS DONIZETI SILVA	Aceito

Situação do Parecer:

Aprovado

Necessita Apreciação da CONEP:

Não

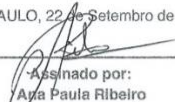
Endereço: Rua Profª Enéas de Siqueira Neto, 340
 Bairro: Jardim das Imbuías CEP: 02.450-000
 UF: SP Município: SAO PAULO
 Telefone: (11)2141-8687 E-mail: pesquisaurisa@unisa.br

UNIVERSIDADE DE SANTO
AMARO - UNISA



Continuação do Parecer: 4.989.582

SAO PAULO, 22 de Setembro de 2021


Assinado por:
Ana Paula Ribeiro
(Coordenador(a))

Endereço: Rua Prof Enéas de Siqueira Neto, 340
Bairro: Jardim das Imbuías CEP: 02.450-000
UF: SP Município: SAO PAULO
Telefone: (11)2141-8687 E-mail: pesquisaunisa@unisa.br

Página 03 de 03

Anexo B – Termo de doação de dentes



Termo de Assentimento para menores

Você está sendo convidado(a) como voluntário(a) a participar da pesquisa “Influência do conteúdo de partículas de carga nanométricas no grau de conversão e resistência da união de adesivo universal com propriedades bioativas.”. Neste estudo pretendemos avaliar se nano partículas de argila com clorexidina que podem melhorar a qualidade do sistema adesivo na restauração dentária.

A Odontologia atual em busca de melhorar a qualidade e durabilidade das restaurações dentárias está constantemente a realizar pesquisas, nas quais necessita de dentes naturais extraídos e doados, para testar novos materiais com potencial de melhorar os resultados dos tratamentos dentários

Para a pesquisa serão utilizados dentes do siso após extração, nos quais serão realizados desgaste e restauração, posteriores testes mecânicos para avaliar a resistência de união da restauração; e seus fragmentos serão descartados no final da pesquisa, sem a possibilidade de devolução ao doador.

Para participar deste estudo, o responsável por você deverá autorizar e assinar um termo de consentimento. Você não terá nenhum custo, nem receberá qualquer vantagem financeira. Você será esclarecido(a) em qualquer aspecto que desejar e estará livre para participar ou recusar-se. O responsável por você poderá retirar o consentimento ou interromper a sua participação a qualquer momento. A sua participação é voluntária e a recusa em participar não acarretará qualquer penalidade ou modificação na forma em que é atendido(a) pelo pesquisador que irá tratar a sua identidade com padrões profissionais de sigilo. Você não será identificado em nenhuma publicação. Este estudo apresenta risco mínimo, isto é, o mesmo risco existente em atividades rotineiras como conversar, tomar banho, ler etc. Apesar disso, você tem assegurado o direito a ressarcimento ou indenização no caso de quaisquer danos eventualmente produzidos pela pesquisa.

Os resultados estarão à sua disposição quando finalizada. Os dados e instrumentos utilizados na pesquisa ficarão arquivados com o pesquisador responsável por um período de 5 anos, e após esse tempo serão destruídos.

Eu, _____, portador(a) do documento de Identidade _____ fui informado(a) dos objetivos do presente estudo de maneira clara e detalhada e esclareci minhas dúvidas. Sei que a qualquer momento poderei solicitar novas informações, e o meu responsável poderá modificar a decisão de participar se assim o desejar. Tendo o consentimento do meu responsável já assinado, declaro que concordo em participar desse estudo.

Assinatura do menor

Assinatura Responsável

Prof. Dr. William Cunha Brandt

Orientador

Assinatura do pesquisador responsável pelo estudo Data ____/____/____

Pesquisador Responsável: Isaias Donizeti Silva

CEP-UNISA: Rua Prof. Enéas de Siqueira Neto, 340, Jardim das Imbuías, SP – Tel.: 2141-8687.