

## **EFEITO DE NANOPARTÍCULAS RADIOPACIFICADORAS INCORPORADAS EM UM SISTEMA ADESIVO**

**ARTHUR DIAS GALARÇA<sup>1</sup>; ALEXANDRA RUBIN COCCO<sup>2</sup>; GIANA LIMA<sup>3</sup>;  
FERNANDA LEAL<sup>4</sup>; FABRÍCIO OGLIARI<sup>5</sup>; EVANDRO PIVA<sup>6</sup>**

<sup>1</sup>Aluno de Graduação do curso de Odontologia (FO/UFPel) – arthurdiasxd@gmail.com

<sup>2</sup>Aluna de Doutorado em Dentística do curso de Odontologia (FO/UFPel) – alexandracocco@gmail.com

<sup>3</sup>Professora Adjunta do Departamento de Odontologia Restauradora (FO/UFPel) – gianalima@gmail.com

<sup>4</sup>Aluna de Doutorado em Dentística do curso de Odontologia (FO/UFPel) – fernandableal@gmail.com

<sup>5</sup>Professor Adjunto da Faculdade de Engenharia de Materiais, UFPel

<sup>6</sup>Professor Adjunto do Departamento de Odontologia Restauradora (FO/UFPel) – evpiva@gmail.com

### **1. INTRODUÇÃO**

Os sistemas adesivos são materiais utilizados para unir os materiais restauradores ao dente. Porém, apesar de apresentarem propriedades químicas e mecânicas satisfatórias, eles ainda possuem uma importante limitação: a falta de radiopacidade porque são basicamente constituídos por elementos químicos de baixo número atômico (carbono, hidrogênio, oxigênio, nitrogênio) (MJOR, 2005). A falta de radiopacidade faz com que o cirurgião-dentista possa confundir a camada de adesivo aplicada ao dente com possíveis lesões de cárie secundária ou ainda como uma restauração clinicamente insatisfatória.

O uso da nanotecnologia, e principalmente por meio da adição de partículas de carga de elevado número atômico (itérbio, zircônia, estrôncio), pode ser uma alternativa para acrescentar radiolucência aos sistemas adesivos. Dentre as potenciais partículas que podem ser adicionadas aos adesivos para proporcionar radiopacidade tem-se o trifluoreto de itérbio (YbF<sub>3</sub>) (CARREÑO et al., 2012, COLLARES et al., 2013). Sílica, por sua vez, demonstrou ser um tipo de nanopartícula capaz de aumentar a força coesiva de resinas adesivas experimentais (CONDE et al., 2009).

Embora a incorporação de nanopartículas possa ser percebida como uma boa opção para melhorar a resistência mecânica do polímero e também conferir radiopacidade aos adesivos dentais, ainda existe pouca informação sobre as alterações que eles podem causar às propriedades gerais do material. Portanto, o objetivo deste estudo foi avaliar a incorporação de diferentes nanopartículas (óxido de bismuto – Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, trifluoreto de itérbio – YbF<sub>3</sub>, e dióxido de silício – SiO<sub>2</sub>) em um sistema adesivo convencional de dois passos e investigar a radiopacidade (R), o grau de conversão (GC), a resistência de união à dentina após diferentes períodos de armazenagem (µTBS), e a qualidade da camada híbrida através da Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), bem como a análise elementar através da espectroscopia de energia dispersiva de raios-x (EDS).

### **2. METODOLOGIA**

#### **2.1. Formulação de resinas adesivas**

Uma base de resina de (di)metacrilato foi formulada para ser utilizada em todos os adesivos experimentais, composta por 35% de HEMA (Sigma-Aldrich, St. Louis, MO, EUA), 15% de UDMA, 10% de TEGDMA, 10% de Bis-GMA e 10% de GDMA, todos estes obtidos da Esstech Inc. (Essington, PA, EUA). 20% de etanol (Labsynth Ltda., Diadema, SP, Brasil) foi utilizado como solvente. Por sua vez, o sistema de iniciação foi constituído de 1% molar de acetato de 4-dimetilaminobenzoato (EDAB, Fluka, Milwaukee, WI, EUA), 1% molar de hexafluorofosfato de difenilodônio (DPI, Sigma-Aldrich), e 0,4% de

canforoquinona (CQ, Esstech). Antes da incorporação das nanopartículas de  $\text{YbF}_3$  e  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  (10% em peso), as mesmas foram superficialmente tratadas com solução de fosfato de etanol a 10%; diferentemente, as nanopartículas de  $\text{SiO}_2$  foram silanizadas com uma solução de organo-silano e acetona a 10%. Um adesivo livre de nanopartículas foi utilizado como controle do estudo.

## **2.2. Teste de radiopacidade (Rx)**

Espécimes ( $d=5$  mm,  $h=1$  mm,  $n=5$ ) de cada adesivo foram preparados de acordo com a norma ISO 4049 (1979). Imagens radiográficas foram obtidas com um aparelho de raios-x (70 kV, 8 mA, distância foco-filme de 40 cm, irradiados por 0,4 s). Uma escala de alumínio foi utilizada como controle, sendo cada degrau 0,5 mm mais espesso em ordem crescente. Foi analisado o nível de pixels (densidade) das imagens radiográficas digitais com um software de análise de imagens (Photoshop, versão 7,1).

## **2.3. Teste da eficiência de polimerização: grau de conversão (GC)**

O grau de conversão dos adesivos foi avaliado em tempo real utilizando espectroscopia infravermelha de Fourier (FTIR, Prestige21, Shimadzu, Tóquio, Japão) acoplado com um dispositivo de refletância total atenuada. O adesivo foi então fotoativado por 20 s com um diodo emissor de luz (Radii, SDI, Bayswater, VIC, Austrália), de  $1400 \text{ mW/cm}^2$  de irradiância; após fotoativação, nova leitura foi realizada (polímero).

## **2.4. Teste da resistência de união à dentina ( $\mu\text{TBS}$ )**

O teste de  $\mu\text{TBS}$  foi realizado em uma máquina de ensaios universal (DL500, EMIC, São José dos Pinhais, PR, Brasil) a uma velocidade de 1 mm/min. Os valores obtidos foram registrados em MPa. A dentina de 40 incisivos bovinos foi condicionada com gel de ácido fosfórico a 37% por 15 s, seguida da lavagem com água por mais 15 s. Sobre a dentina levemente úmida os adesivos experimentais foram aplicados em duas camadas, com devida volatilização do solvente (10 s) e fotoativação (20 s), seguido da aplicação de resina composta Filtek Z250 (3M ESPE, St. Paul, MN, EUA). As amostras foram armazenadas em água destilada (37°C) por 24 h, e então seccionadas em cortadeira de precisão (secção de área superficial de  $0,7 \text{ mm}^2$ ). Os espécimes foram aleatoriamente divididos em quatro grupos ( $n=20$ ) segundo o período de tempo esperado antes do teste de  $\mu\text{TBS}$ : 24 h, 6, 12, ou 24 meses.

## **2.5. Microscopia eletrônica de varredura (MEV) e energia dispersiva de raios-X (EDS)**

A qualidade da camada híbrida formada foi analisada por MEV e por EDS usando-se um microscópio SSX-550 (Shimadzu, Tóquio, Japão).

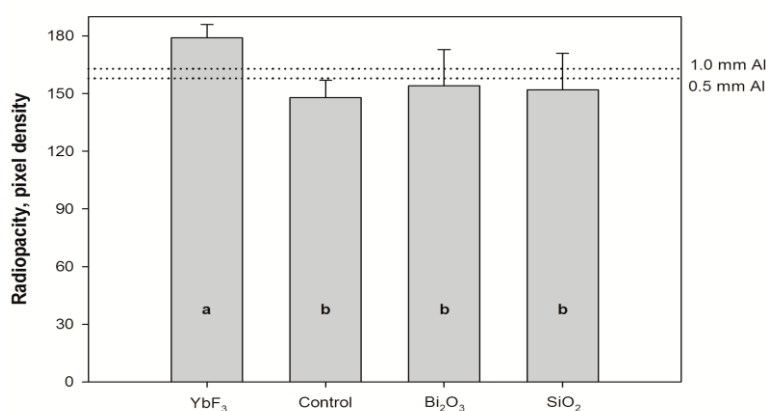
## **2.6. Análise estatística**

Os dados obtidos neste estudo foram analisados estatisticamente com Análise de Variâncias uma via (para dados de Rx e GC) ou duas vias (para dados de  $\mu\text{TBS}$ ) seguido do teste complementar de Tukey ( $\alpha=5\%$ ).

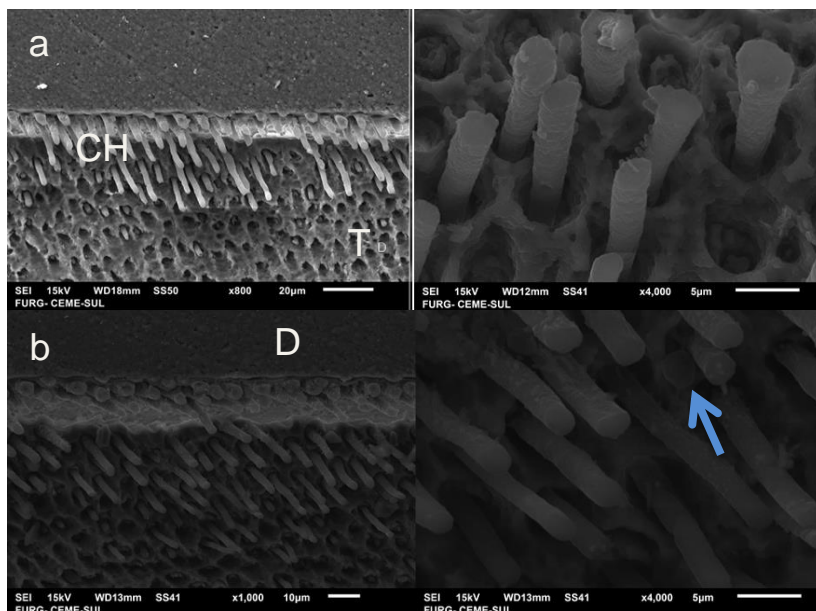
# **3. RESULTADOS E DISCUSSÃO**

Os resultados do teste de Rx estão demonstrados na Figura 1. O adesivo contendo  $\text{YbF}_3$  apresentou maior Rx quando comparado aos demais grupos ( $p\leq 0,024$ ) e maior do que 1 mm de alumínio. Os demais adesivos experimentais apresentaram Rx semelhante ao controle ( $p\geq 0,672$ ). O grau de Rx de uma dada

partícula depende do número atômico dos seus componentes, bem como a sua densidade e tamanho (OG, 1986, SCHULZ et al., 2008). Neste estudo, a nanopartícula de  $\text{YbF}_3$  teve maior Rx devido ao seu elevado número atômico ( $\text{Yb} = 70$ ) (COLLARES et al., 2010). Ainda, a Rx superior a 1 mm de espessura de alumínio equivale a 1 mm de dentina, preenchendo os requisitos da ISO 4049 (1979). Enquanto isso, o grau de conversão dos grupos avaliados foi a seguinte, em ordem decrescente:  $\text{YbF}_3 = \text{controle} > \text{SiO}_2 > \text{Bi}_2\text{O}_3$ . A aglomeração de nanopartículas pode interferir negativamente com a transmissão de luz pelo interior do material, e considerando-se que as nanopartículas de  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  causam dispersão de luz, o GC deste adesivo foi inferior quando comparado aos demais (TURSSI; FERRACANE; VOGEL, 2005). Ainda, a aglomeração de partículas pode provocar a separação de fases e consequente perda de homogeneidade do material, resultando no comprometimento do GC e da resistência mecânica do adesivo (LABELLA et al., 1999, NUNES; PEREIRA; KALACHANDRA, 2008).



**Figura 1.** Resultados de radiopacidade das resinas adesivas experimentais.



**Figura 2.** Micrografias da interface de união do sistema adesivo com a dentina desmineralizada (D). Em (a), (800x), mostra os longos tags do adesivo de ítrbio. Em (b), (800x), a camada híbrida mostra aglomerações das partículas de bismuto. Em (c) (4000x), é o mesmo espécime em maior aumento.

Quanto ao teste de  $\mu\text{TBS}$ , enquanto a adesão reduziu a resistência após 6 meses de armazenagem para os adesivos controle e para aqueles contendo  $\text{SiO}_2$  ou  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  ( $p \leq 0,002$ ), a adesão manteve-se estável por 24 meses com a aplicação

do adesivo contendo  $\text{YbF}_3$  ( $p \geq 0,054$ ). Micrografias da camada híbrida entre o sistema adesivo experimental e a dentina desmineralizada são mostrados na Fig. 2, a 800X de ampliação. A análise de EDS identificou a presença de itérbio, bismuto e de sílica no sistema adesivo experimental. A incorporação de 10% de nanopartículas no sistema adesivo mostrou duas vantagens: (1) não teve influência significativa sobre as propriedades do sistema adesivo experimental após 24h e 12 meses, e (2) as nanopartículas de itérbio podem ser uma opção para obter adesivos radiopacos. Não existe ainda adesivo comercialmente radiopaco, o que seria fundamental, pois o excesso da camada de sistema adesivo é muitas vezes confundida com cárie secundária. Considerando os diferentes resultados encontrados para as partículas avaliadas neste estudo, a escolha do agente radiopaco é importante para determinar o comportamento dos adesivos dentários.

#### 4. CONCLUSÕES

A longevidade da resistência de união com a adição de nanopartículas no adesivo experimental demonstrou não ser afetada. Desta forma, as nanopartículas de  $\text{YbF}_3$  podem ser consideradas como uma alternativa para o desenvolvimento de adesivos dentais radiopacos.

#### 5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. MJOR, I. A. Clinical diagnosis of recurrent caries. **J Am Dent Assoc**, v.136, n.10, p.1426-33, 2005.
2. CARREÑO, N. L. V.; OLIVEIRA, T. C. S.; PIVA, E.; LEAL, F. B.; LIMA, G. S.; MONCKS, M. D.; RAUBACH, C. W. ; OGLIARI, F. A.  $\text{YbF}_3/\text{SiO}_2$  Fillers as Radiopacifiers in a Dental Adhesive Resin. **Nano-micro letters**, p.4 (3), 2012.
3. COLLARES, F. M.; KLEIN, M.; SANTOS, P. D.; PORTELLA, F. F.; OGLIARI, F.; LEITUNE, V. C. ; SAMUEL, S. M. Influence of radiopaque fillers on physicochemical properties of a model epoxy resin-based root canal sealer. **J Appl Oral Sci**, v.21, n.6, p.533-9, 2013.
4. CONDE, M. C.; ZANCHI, C. H.; RODRIGUES-JUNIOR, S. A.; CARRENO, N. L.; OGLIARI, F. A. ; PIVA, E. Nanofiller loading level: Influence on selected properties of an adhesive resin. **J Dent**, v.37, n.5, p.331-5, 2009.
5. ["Draft standard" for resin--based dental filling materials ISO/DIS 4049 News from NOIM]. **Tandlaegebladet**, v.83, n.3, p.90-2, 1979.
6. OG, M. R. R. V. Radiopaque Dental Materials. **IVOCLAR**, 1986.
7. SCHULZ, H.; SCHIMMOELLER, B.; PRATSINIS, S. E.; SALZ, U. ; BOCK, T. Radiopaque dental adhesives: dispersion of flame-made  $\text{Ta}_2\text{O}_5/\text{SiO}_2$  nanoparticles in methacrylic matrices. **J Dent**, v.36, n.8, p.579-87, 2008.
8. COLLARES, F. M.; OGLIARI, F. A.; LIMA, G. S.; FONTANELLA, V. R.; PIVA, E. ; SAMUEL, S. M. Ytterbium trifluoride as a radiopaque agent for dental cements. **Int Endod J**, v.43, n.9, p.792-7, 2010.
9. TURSSI, C. P.; FERRACANE, J. L. ; VOGEL, K. Filler features and their effects on wear and degree of conversion of particulate dental resin composites. **Biomaterials**, v.26, n.24, p.4932-7, 2005.
10. LABELLA, R.; LAMBRECHTS, P.; VAN MEERBEEK, B. ; VANHERLE, G. Polymerization shrinkage and elasticity of flowable composites and filled adhesives. **Dent Mater**, v.15, n.2, p.128-37, 1999.
11. NUNES, T. G.; PEREIRA, S. G. ; KALACHANDRA, S. Effect of treated filler loading on the photopolymerization inhibition and shrinkage of a dimethacrylate matrix. **J Mater Sci Mater Med**, v.19, n.5, p.1881-9, 2008.