

## **FATORES REFERENTES À DURABILIDADE: COMO O ARMAZENAMENTO E A ESTERILIZAÇÃO MOLDAM A QUALIDADE DE MATERIAIS ODONTOLÓGICOS E MÉDICOS**

**RAFAEL MARTINS DOS SANTOS<sup>1</sup>; PEDRO DENTICE LEITE DA SILVA<sup>2</sup> ;  
MÁRCIA DREBES<sup>3</sup>; EVANDRO PIVA<sup>4</sup>; CARLA DAVID LUCÍA PEÑA<sup>5</sup>; RAFAEL  
GUERRA LUND<sup>6</sup>**

*1 Universidade Federal de Pelotas, Pelotas, RS, Brasil - rafaelm.dossantos3@gmail.com*

*2 Universidade Federal de Pelotas, Pelotas, RS, Brasil - peepelite@gmail.com*

*3 Universidade Federal de Pelotas, Pelotas, RS, Brasil - marcia.drebes@ebserh.gov.br*

*4 Universidade Federal de Pelotas, Pelotas, RS, Brasil - evpiva@gmail.com*

*5 Universidade Federal de Pelotas, Pelotas, RS, Brasil - cldp58@gmail.com*

*6 Universidade Federal de Pelotas, Pelotas, RS, Brasil - rafael.lund@gmail.com*

### **1. INTRODUÇÃO**

Garantir a qualidade e segurança dos materiais utilizados em odontologia e medicina é essencial para o sucesso dos tratamentos e a saúde dos pacientes. Com os avanços tecnológicos, diversos materiais, como resinas compostas e silicones, foram desenvolvidos, entretanto a durabilidade e eficácia desses materiais em diferentes condições de armazenamento e uso ainda são áreas importantes da pesquisa (ILIEV, 2021).

Além disso, a definição do prazo de validade e a validação de protocolos de shelf-life são cruciais para garantir que os materiais utilizados em procedimentos clínicos preservem suas propriedades e desempenho ao longo do tempo (OGLIARI, 2012). Entretanto, para desenvolver protocolos de validação sólidos e confiáveis, é necessária uma compreensão aprofundada sobre a estabilidade química e as características seletivas desses materiais.

Portanto, este estudo teve como objetivo avaliar as propriedades físicas de materiais médicos e odontológicos de origem hospitalar como determinante do estabelecimento de prazo de validade e validação de protocolos shelf-life.

### **2. METODOLOGIA**

A metodologia deste estudo seguiu as Diretrizes do CRIS (Krithikadatta, 2014), norma ISO 4049:2009 e a American Society for Testing and Materials (ASTM) para materiais borrachoides. Para avaliar as mudanças conforme o tipo de armazenamento (antes e depois), foram utilizadas duas variações da resina Master Fill (Biodinâmica, Ibirapuã, PR-Brasil): MF-1 (origem hospitalar) e MF-2 (nova). Foram realizadas provas de resistência coesiva e módulo de elasticidade ( $n=8$ ), grau de conversão ( $n=3$ ) e dureza Vickers ( $n=5$ ). Ademais, foram usadas mangueiras (Protector Produtos Hospitalares LTDA, Sertãozinho, SP, Brasil), submetidas à dureza Shore A ( $n=8$ ), tração ( $n=8$ ) e ângulo de contato ( $n=4$ ).

#### **Condições de armazenamento:**

Duas resinas Master Fill foram avaliadas em dois tipos de armazenamento. A MF-1, foi submetida a envelhecimento acelerado (MF-1), numa câmara climática MA 835/UR (Marconi, Piracicaba, SP, Brasil) a uma temperatura de 40°C e umidade de 75%, por 3 meses, o que equivale a 6 meses de envelhecimento. A MF-2 foi submetida ao armazenamento convencional, em condições de temperatura a 37°C, na umidade do ambiente (Cidade de Pelotas, RS), em uma prateleira durante 6 meses. Para investigar o impacto dos processos de esterilização e envelhecimento em materiais elastoméricos, foram utilizadas mangueiras de silicone. As mangueiras foram submetidas a múltiplos

ciclos de esterilização utilizando autoclave esterilizador AV-50 Plus, Marca Phoenix Luferco (Araraquara, SP, Brasil) a 121°C por 15 minutos (conforme MONTOYA, 2013).

Posteriormente, nas MF-1 e MF-2, foram avaliados os seguintes ensaios: Resistência coesiva e módulo de elasticidade: foram realizadas matrizes em formato de ampulheta ( $n=8$ ), conforme a norma ISO 4049:2009. A resina foi inserida em um único incremento, coberta com uma tira de poliéster e curada com luz a 1000 mW/cm<sup>2</sup> por 40 segundos. Os espécimes foram mantidos em água destilada a 37°C por 24 h e instaurados numa máquina EMIC® DL 500, sob uma carga de tração de 1 mm/min, registrando a resistência coesiva e o módulo de elasticidade em MPa.

Grau de Conversão: foi avaliado usando espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier em tempo real (RT-FTIR) ( $n=3$ ). Foi utilizado o programa IR Solution (Shimadzu, Columbia, MD, EUA) com uma varredura por segundo durante a ativação da luz por 40 segundos usando uma unidade de fotoativação de diodo emissor de luz (LED) VALO™(DAVID, 2022).

Microdureza Vickers (MV): espécimes cilíndricos (2mm x1mm) ( $n=5$ ) de cada material e foram lixados com lixas SiC granulação 600 e 1200. A dureza Vickers foi avaliada em microdurômetro digital (FM-700; Future-Tech, Kawasaki, Japão) aplicando uma carga de 50g por 10s. Foram realizadas cinco leituras por espécime e a média das leituras registrada com o número de dureza Vickers (kgf/mm<sup>2</sup>) (FLURY et al., 2012).

Enquanto as mangueiras foram analisados por:

Tração e módulo de elasticidade: os testes de tração ( $n = 8$ ), conforme a norma ASTM D412, avaliaram a tensão antes e após o último ciclo de esterilização. Amostras (4 cm, 3 cm de espessura e 29 mm) foram estendidas a uma velocidade constante até a ruptura. A resistência à tração foi medida pela carga por unidade de área no momento da ruptura. Os testes usaram uma máquina de ensaios universal (DL500, EMIC) com célula de carga de 1000 e velocidade de 500 mm/min.

Ângulo de contato: o ângulo de contato da água na superfície interna das mangueiras ( $n = 4$ ) medido com um tensiômetro óptico usando o método de gota séssil antes e após o último ciclo. Gotas de água destilada (5 µL) foram aplicadas nas amostras, e uma leitura dinâmica foi feita em tempo real dos ângulos de contato direito e esquerdo, utilizando o software One Attension a 20 quadros por segundo por 20 segundos. O ângulo de contato foi registrado como a média entre as leituras direita e esquerda.

Dureza Shore A: as amostras (25 x 25 x 10 mm,  $n = 8$ ) foram testadas quanto à dureza Shore A com um durômetro digital, seguindo os procedimentos da ASTM D2240. O durômetro foi posicionado verticalmente, e leituras em triplicata foram feitas 1 segundo após o contato firme, com 6 mm de distância entre as medições para evitar múltiplas indentações no mesmo ponto. O valor médio das leituras foi então calculado.

Os dados foram analisados para testar a hipótese de distribuição normal e homogeneidade de variância. Para as resinas compostas, foram avaliados os diferentes tempos utilizando o teste t nas variáveis resistência coesiva, módulo de elasticidade e dureza Vickers (dados baseline versus dados após envelhecimento simulado). Quanto aos dados da mangueira, foi aplicado o teste t pareado para analisar o efeito dos períodos de esterilização sobre a dureza Shore A inicial. A análise foi realizada com o programa Sigma Plot 12.0, adotando um nível de significância de  $\alpha = 0,05$  para todas as análises.

## 2. RESULTADOS E DISCUSSÃO

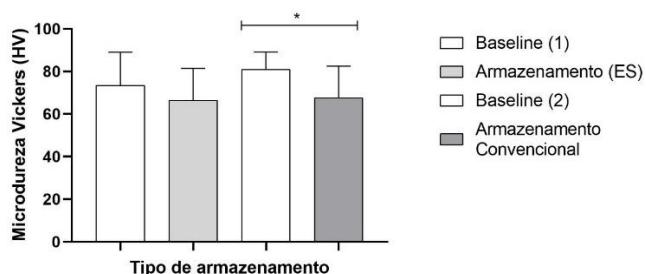
Os resultados das resinas testadas apresenta-se na tabela 1, ambas resinas demonstraram variações nas suas resistências coesivas. A MF-1 registrou um aumento nos valores, enquanto a MF-2 apresentou uma redução ( $p=0,05$ ). Além disso, os módulos de elasticidade apresentaram mudanças similares. Assim, a resina MF-1 se tornou mais rígida após o envelhecimento simulado, enquanto a MF-2 perdeu levemente a rigidez após do armazenamento convencional.

**Tabela 1.** Resultados das medidas e desvio padrão da resistência coesiva da resina master fill e módulo elástico após os diferentes tipos de armazenamento (n=8)

Grupo	Baseline (MPa)	RC	Baseline (MPa)	ME
		ES (MPa)		C (MPa)
MF-1	53,79 (17,42)A	64,491 (17,22)A	257,04(63,32)A	321,3 (43,68)B
MF-2	88,86(19,42)A	75,16 (17,22)B	302,58(23,33)A	292,25 (14,98)A

Abb: MF-1: master fill origem hospital, MF-2: master fill nova, ES: envelhecimento simulado, C: convencional

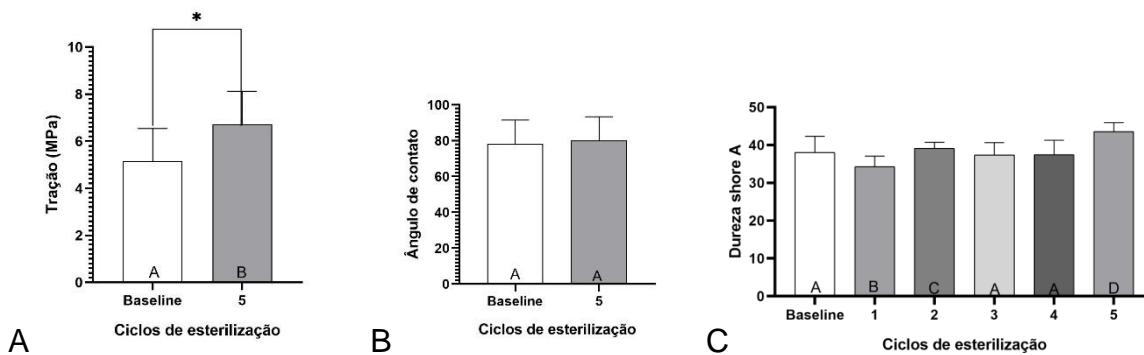
Enquanto ao grau de convesão, a resina MF-2 apresentou um grau de conversão maior (40,56%) do que a MF-1 (27,72%). Os resultados da VH diminuiram após o armazenamento, especialmente no método convencional ( $p<0,001$ ). Além disso, os métodos de armazenamento convencional e simulado influenciam as propriedades dos materiais ao longo do tempo. Estudos de Cuevas-Suárez *et al.* (2019) e Seoane *et al.* (2023) mostram que as condições de armazenamento impactam o desempenho de adesivos universais e a estabilidade de compósitos autoadesivos, destacando a necessidade de considerar esses fatores na prática clínica.



**Figura 1.** Resultados da comparação da microdureza Vickers em dos diferentes armazenamentos. (\*) representa diferenças estatisticamente significantes.

A resistência à tração do material aumentou de 5 MPa para 7 MPa após cinco ciclos de esterilização, indicando maior rigidez. O módulo de elasticidade também subiu de 257,04 MPa para 321,3 MPa, mostrando que o material se fortalece com a esterilização. Os resultados do ângulo de contato determinaram mudanças de 79° para 81° após cinco ciclos de esterilização, sugerindo uma possível mudança na energia superficial. No entanto, essa diferença não é estatisticamente significativa, indicando que os ciclos de esterilização não causaram uma alteração substancial nas propriedades superficiais do material. Após 5 ciclos de esterilização (Figura 1), a dureza Shore A da mangueira apresentou uma diminuição inicial, seguida por um aumento geral ao longo dos

ciclos, com diferenças estatisticamente significativas entre os primeiros e o último ciclo ( $p < 0,001$ ). Isso indica que a esterilização afeta progressivamente a rigidez do material, possivelmente devido a variações na resposta do material ao processo, influenciada por fatores como temperatura ou método de esterilização. Esses achados são importantes para orientar a escolha de protocolos de armazenamento e práticas de esterilização adequadas, garantindo a durabilidade e a qualidade dos materiais odontológicos utilizados em procedimentos clínicos (ILIEV, 2021).



**Figura 1.** **A.** Variação da resistência a Tração da mangueira após 5 ciclos de esterilização. Observa-se uma diminuição inicial e mudança no ciclo final os ( $p < 0,05$ ). **B.** Os ângulos de contato (em graus) do material na condição basal (Baseline) e após cinco ciclos de esterilização. **C.** Variação da dureza Shore A da mangueira após 5 ciclos de esterilização. Observa-se uma diminuição inicial da dureza seguida por um aumento geral ao longo dos ciclos, letras maiúsculas diferentes expressam diferenças estatisticamente significativas entre os ciclos ( $p < 0,001$ ).

#### 4. CONCLUSÕES

Portanto, os achados desta pesquisa contribuem para o desenvolvimento de protocolos mais eficazes de armazenamento e esterilização de materiais odontológicos, melhorando, assim, a segurança e qualidade dos tratamentos na área.

#### 5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

CUEVAS-SUÁREZ, Carlos Henrique et al. Impact of shelf-life simulation on bonding performance of universal adhesive systems. **Dental Materials.** 2019 Sep;35(9). Epub 2019 Jun 19. PMID: 31227184.

ILIEV, Georgi et al. Shelf life and storage conditions of universal adhesives: A literature review. **Polymers**, v. 13, n. 16, p. 2708, 2021.

OGLIARI, Fabrício Aulo et al. 2,3-epitiopropil metacrilato como monômero funcionalizado em um adesivo dental. **Journal of Dentistry**, 2012; 34:472–7.

SEONE, Helena et al. Impact of Shelf-Life Simulation on a Self-Adhesive Composite: Polymerization Kinetics, Chemical and Color Stability. **Journal of Adhesive Dentistry**. 2023 Sep 19;25:167-176. PMID: 37724938.