AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA DE UNIÃO E GRAU DE CONVERSÃO DE SISTEMA ADESIVO AUTOCONDICIONANTE CONTENDO PARTÍCULAS DE HIDROXIAPATITA COM DIFERENTES MORFOLOGIAS

Ariel Barbato Heil (PIBIC/Fundação Araucária), Paulo Vitor Farago, João Carlos Gomes, Sandra Regina Masetto Antunes, Yasmine Mendes Pupo (Orientadora), e-mail: yasminemendes@hotmail.com.

Universidade Estadual de Ponta Grossa/Departamento de Odontologia

Odontologia / Materiais Dentários

Palavras-chave: Adesão. Microtração. Nanopartículas.

Resumo

O aprimoramento de sistemas adesivos odontológicos, com componentes que favoreçam a formação de uma interface adesiva com potencial de inibir a recorrência de lesões de cárie e a remineralização dos tecidos dentinários, vem sendo alvo de interesse da comunidade científica e de indústrias de materiais odontológicos. Este estudo teve como objetivo analisar *in vitro* a influência da incorporação partículas de hidroxiapatita (HAp) com 3 morfologias distintas (nanoparticuladas: HApP24 e HApP36; nanotubos: HApR14) em sistema adesivo autocondicionante, na resistência de união por meio do teste de microtração (IM, após 6 meses e 12 meses de armazenamento dos espécimes). Estas partículas sintetizadas foram previamente caracterizadas por espectroscopia XRPD, SEM-FEG e FTIR. A resistência de união a microtração (μTBS) foi investigada. Resultou em um valor de μTBS significativamente menor para Clearfil™ SE Bond + HApP24 (p=0,031) e Clearfil™ SE Bond + HApP36 (p=0,008) quando os períodos de avaliação imediato (IM) e 12 meses (12M) foram comparados. Não houve diferença estatística (p> 0,05) quando seis meses (6M) e 12M de μTBS foram comparados para Clearfil™ SE Bond + HApR14. Conclui-se que as partículas de hidroxiapatita obtidas pela técnica hidrotermal e com forma de nanotubos são promissoras para inclusão em sistemas adesivos para fornecer propriedades remineralizantes e antimicrobianas ao mesmo tempo em que mantêm a estabilidade da adesão.

Introdução

Os sistemas adesivos autocondicionantes tem atraído um interesse considerável na Odontologia, pois estes materiais simplificam o procedimento de aplicação clínica, sem comprometer a resistência e retenção de restaurações dentárias [1]. A dentina é um tecido biológico hidratado composto de materiais inorgânicos (principalmente hidroxiapatita), materiais orgânicos (colágeno) e água com propriedades que variam significativamente conforme a localização no substrato.[2] Contém túbulos dentinários com fluidos que se movimentam de forma dinâmica em seu interior e após este substrato ser impregnado com os sistemas adesivos, apresentam menor resistência adesiva em comparação ao esmalte.[3] Hidroxiapatita (HAp), que responde por mais de 70% em peso e 90% em peso de dentina e esmalte, respectivamente, é facilmente dissolvida em um adesivo autocondicionante e é depositada dentro da rede de colágeno da dentina

desmineralizada e esmalte desmineralizado.[4] HAp residual também pode servir como um modelo para a interação química adicional com monômero funcional do adesivo e é considerado como essencial para a estabilidade a longo prazo da interface de união.[4,5] O grau de conversão de monômeros autocondicionantes na interface (com o mais elevado nível de HAp) é considerado consistentemente superior que dentro dos túbulos, o que indica que, além do teor de água, Hap pode diretamente afetar a polimerização de adesivos autocondicionantes.[6]

As partículas de carga dos sistemas adesivos são sintetizadas de diferentes formas e tamanhos, para serem capazes de penetrar nos túbulos dentinários, juntamente com a matriz resinosa dos sistemas adesivos proporcionando uma camada adesiva com propriedades melhoradas.[2] No entanto, melhorias na conformação destas partículas por meio de diversos mecanismos de síntese (*ex:* método hidrotérmico, procedimento solvotérmico, método da precipitação) têm sido propostos na literatura com objetivo de favorecer o desempenho clínico dos sistemas adesivos.[7] O objetivo deste estudo foi analisar *in vitro* a influência da incorporação partículas HAp com 3 morfologias distintas (nanoparticuladas: HApP24 e HApP36; nanotubos: HApR14) em sistema adesivo autocondicionante, na resistência de união a microtração (imediatamente - IM, após 6 meses – 6M e 12 meses – 12M).

Materiais e Métodos

A síntese pelos métodos hidrotérmico e precipitado e a caracterização estrutural e morfológica das partículas de hidroxiapatita foram obtidas em parceria com o Mestrado em Química da UEPG. As partículas de HAp obtidas foram incorporadas na concentração de 5% no sistema adesivo autocondicionante. Quatro sistemas adesivos foram avaliados na resistência de união a microtração (n=10): Clearfil™ SE Bond contendo 5% HApP36; Clearfil™ SE Bond contendo 5% HApP24; Clearfil™ SE Bond com 5% HApR14 e Clearfil™ SE Bond (controle positivo). No *teste de resistência de união a microtração*, foram utilizados 40 terceiros molares humanos hígidos e extraídos, obtidos no Banco de Dentes da UEPG, com parecer de aprovação na COEP-UEPG n. 1.085.346.

Os sistemas adesivos foram aplicados seguindo as instruções do fabricante, nos dentes cortados com exposição de dentina e planificados e polimerizados com LED por 10 s (1400 mW/cm^2). Depois da aplicação do adesivo, três incrementos de 1,0 mm de resina composta Filtek® Z350 XT (3M ESPE) foram inseridos e fotopolimerizados cada um durante 30 segundos. Os dentes foram fixados em suportes plásticos com cera pegajosa e adaptados em um dispositivo “ad-hoc” para ser montado na máquina de cortes seriados. Os dentes foram seccionados, para obter espécimes em forma de palitos. A área da secção transversal de cada palito foi medida com um paquímetro digital. Os espécimes foram testados IM, após 6M e 12M de armazenagem em água destilada. Os dados de resistência à microtração foram submetidos à ANOVA de dois-fatores e pós-teste de Games Howell (α=0,05).

Resultados e Discussão

Os resultados de μTBS (MPa) estão resumidos na Tabela 1. Não foi observada falha coesiva na presente investigação. Em IM, nenhum efeito prejudicial foi proporcionado pela inclusão de hidroxiapatitas nanoparticuladas [HApP24, p = 0,072 e HApP36, p = 0,229] e hidroxiapatitas em forma de nanotubos [HApR14, p = 0,158] em comparação com o controle (Tabela). ANOVA revelou que a interação do

sistema adesivo versus o período de armazenamento foi estatisticamente significativa (p = 0,0001). Resultado de μTBS inferior significativo para Clearfil™ SE Bond contendo HApP24 (p = 0,031), Clearfil™ SE Bond contendo HApP36 (p = 0,008) quando foram comparados intervalos de tempo imediatos e 12M. Não se obteve diferença estatisticamente significativa quando se compararam 6M e 12M para Clearfil™ SE Bond contendo HApR14 (Tabela).

Tabela – Média e desvio padrão da resistência de união resina-dentina MPa) dos sistemas adesivos avaliados no presente estudo, nos diferentes períodos de armazenamento

	IM	6M	12M
Clearfil™ SE Bond contendo 5% HApP24	32.91 ± 8.57 Aa	25.86 ± 4.82 Aa	22.31 ± 4.06 Bb
Clearfil™ SE Bond contendo 5% HApP36	34.25 ± 7.29 Aa	25.47 ± 2.12 Aa	21.74 ± 3.97 Bb
Clearfil™ SE Bond contendo 5% HApR14	44.37 ± 7.98 Aa	31.26 ± 2.54 Ab	31.83 ± 1.4 Ab
Clearfil™ SE Bond	34.69 ± 5.95 Aa	32.08 ± 10.97 Aa	31.27 ± 9.30 Aa

Médias semelhantes são indicados com as mesmas letras maiúsculas (para cada período de armazenamento comparado com Clearfil™ SE Bond) em linhas ou letras minúsculas (para cada sistema adesivo) em colunas

A hidroxiapatita em forma de nanotubos (HApR14) mostrou o maior valor de μTBS no período de armazenamento imediato. Esse resultado pode ser devido à alta área superficial dos nanotubos que pode proporcionar interação com fibras colágenas dentinárias e sua infiltração na dentina pode reforçar a resistência de união. Devido aos seus tamanhos muito pequenos, os nanomateriais podem penetrar nos túbulos dentinários juntamente com a matriz adesiva resinosa fornecendo uma camada adesiva com propriedades melhoradas [2]. Foi relatado que a HAp em nanoescala pode ser biomineralizada na superfície de filmes de rede de quitosana/ gelatina através da ligação de hidrogênio entre grupos COOH, OH e NH_2 do filme e grupo OH dos cristais de HAp [2,8]. Portanto, é provável que tenha as mesmas interações entre os nanotubos de HAp e as fibras de colágeno do dente. Se a ligação ocorre, a incorporação de HAp pode induzir a remineralização da dentina na interface resina-dentina [2]. Após 6M e 12M, o μTBS diminuiu, mas resultou em valores como os obtidos para o Clearfil™ SE Bond (grupo controle). Este efeito pode estar relacionado ao envelhecimento da interface de ligação devido à degradação que foi acelerada pela hidrólise de componentes de resina hidrofílica e por proteases derivadas do hospedeiro com atividade colagenolítica [9]. Para HApP24 e HApP36, o mesmo comportamento foi observado em períodos de armazenamento imediatos,

6M e 12M. Esses produtos nanoparticulados apresentaram μTBS estatisticamente similares ao Clearfil™ SE Bond (grupo controle) para armazenamento em água imediato e de 6M. Esta propriedade mecânica teve redução significativa após 12M de armazenamento. Assim, o tempo de precipitação (24 e 36 h) não influenciou o efeito mecânico de μTBS após a inclusão no sistema adesivo. A descoberta após 12M pode ser atribuída às nanopartículas HAp de forma aglomerada que proporcionaram tanto um aumento de tamanho de partículas (em geral, maior que 7 μm) e uma área superficial inferior para HApP24 e HApP36. Essas mudanças morfológicas enfraqueceram a resistência de união do adesivo à dentina ao longo do tempo e podem estar relacionadas a uma menor penetração de aglomerados de hidroxiapatita nos túbulos dentinários.

Conclusões

As partículas de HAp obtidas pela técnica hidrotermal e com forma de nanotubos são promissoras para inclusão em sistemas adesivos autocondicionantes para fornecer propriedades remineralizantes, antimicrobianas e com estabilidade da adesão.

Agradecimento

A Fundação Araucária pela bolsa de estudos para realização do projeto.

Referências

1. Tay FR, Pashley DH. Dental adhesives of the future. J Adhes Dent. 2002; 4:91–103.
2. Sadat-Shojai M, Atai M, Nodehi A, Khanlar LN. Hydroxyapatite nanorods as novel fillers for improving the properties of dental adhesives: Synthesis and application. Dent Mater. 2010 May;26(5):471-82.
3. Vaidyanathan TK, Vaidyanathan J. Recent advances in the theory and mechanism of adhesive resin bonding to dentin: a critical review. J Biomed Mater Res B: Appl Biomater 2009;88B(February (2)):558–78.
4. Fu B, Sun X, Qian W, Shen Y, Chen R, Hannig M. Evidence of chemical bonding to hydroxyapatite by phosphoric acid esters. Biomaterials. 2005; 26:5104–5110.
5. Fukegawa D, Hayakawa S, Yoshida Y, Suzuki K, Osaka A, Van Meerbeek B. Chemical interaction of phosphoric acid ester with hydroxyapatite. J Dent Res. 2006; 85:941–944.
6. Wang Y, Spencer P. Continuing etching of an all-in-one adhesive in wet dentin tubules. J Dent Res. 2005; 84:350–354.
7. Moszner N, Salz U. Recent developments of new components for dental adhesives and composites. Macromol Mater Eng. 2007;292(March (3)):245–71.
8. Li J, Dou Y, Yang J, Yin Y, Zhang H, Yao F, Wang H, Yao K, Surface characterization and biocompatibility of micro- and nano-hydroxyapatite/chitosan–gelatin network films. Mater Sci Eng C. 2009;29:1207-15.
9. Sai K, Shimamura Y, Takamizawa T, Tsujimoto A, Imai A, Endo H, Barkmeier WW, Latta MA, Miyazaki M. Influence of degradation conditions on dentin bonding durability of three universal adhesives. J Dent. 2016;54:56-61.