



**UNIVERSIDADE FEDERAL DE ALAGOAS – UFAL**  
**INSTITUTO DE QUÍMICA E BIOTECNOLOGIA - IQB**  
**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM BIOTECNOLOGIA DA REDE**  
**NORDESTE DE BIOTECNOLOGIA (RENORBIO)**

**CHRISTIANE RIBEIRO DA SILVA**

**CARACTERIZAÇÃO E ESTABILIDADE DE RESINA ORTODÔNTICA**  
**ASSOCIADA À NANOMATERIAIS E ENRIQUECIDA COM PRÓPOLIS**

**MACEIÓ**

**2018**

CHRISTIANE RIBEIRO DA SILVA

**CARACTERIZAÇÃO E ESTABILIDADE DE RESINA ORTODÔNTICA  
ASSOCIADA À NANOMATERIAIS E ENRIQUECIDA COM PRÓPOLIS**

Tese de Doutorado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Biotecnologia em Saúde da Rede Nordeste de Biotecnologia (RENORBIO), ponto focal Alagoas, da Universidade Federal de Alagoas como requisito parcial para obtenção do grau de Doutora em Biotecnologia.

**Orientadora:** Profa. Dra. Fabiane Caxico de Abreu Galdino

**MACEIÓ**

**2018**

**Catálogo na fonte**  
**Universidade Federal de Alagoas**  
**Instituto de Química e Biotecnologia**  
**Biblioteca Setorial de Química**

Bibliotecário Responsável: Cláudio César Temóteo Galvino

S586c Silva, Christiane Ribeiro da.  
Caracterização e estabilidade de resina ortodôntica associada à nanomateriais e enriquecida com propólis / Christiane Ribeiro da Silva. – 2018.  
83 f. : il., tabs.

Orientador: Fabiane Caxico de Abreu Galdino.  
Tese (Doutorado na Rede Nordeste de Biotecnologia) – Universidade Federal de Alagoas. Instituto de Química e Biotecnologia. Maceió, 2018.

Bibliografia: f. 65-79.  
Anexos: f. 80-83.

1. Ortodontia. 2. Adesivos ortodônticos. 3. Resinas ortodônticas.  
4. Extrato de própolis. I. Título.

CDU: 616.314-089.23

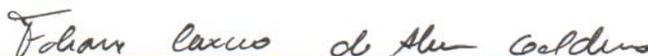
CHRISTIANE RIBEIRO DA SILVA

**Caracterização e estabilidade de resina ortodôntica associada a nanomateriais e enriquecida com própolis**

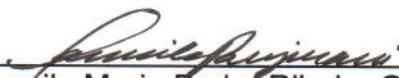
Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Biotecnologia da Rede Nordeste de Biotecnologia – RENORBIO, Ponto Focal Alagoas, Universidade Federal de Alagoas, como requisito parcial para a obtenção do Título de Doutora em Biotecnologia, Área de Concentração: Biotecnologia em Saúde.

Aprovada em: 13/11/2018.

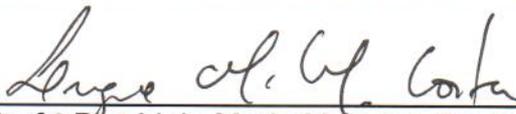
BANCA EXAMINADORA



Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Fabiane Caxico de Abreu Galdino  
Universidade Federal de Alagoas - UFAL



Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Camila Maria Beder Ribeiro Girish Panjwani  
Universidade Federal de Alagoas – UFAL  
Universidade Estadual de Ciências da Saúde de Alagoas - Uncisal



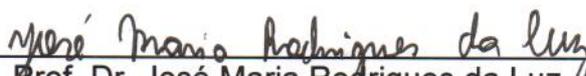
Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Ligia Maria Manzine Costa  
Universidade Federal de Alagoas - UFAL



Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Luciana Aparecida Cora  
Universidade Estadual de Ciências da Saúde de Alagoas - Uncisal



Prof. Dr. Luciano Aparecido Meireles Grillo  
Universidade Federal de Alagoas - UFAL



Prof. Dr. José Maria Rodrigues da Luz  
Universidade Federal de Alagoas – UFAL

Dedico a Deus, dono de toda ciência, sabedoria  
e poder, e que me proporcionou todas as  
oportunidades do início ao fim do doutorado.

## AGRADECIMENTOS

A Deus, que me concedeu tudo desde o começo;

A meus pais: Sr. João Ribeiro da Silva e Sra Izaurina Ferreira da Silva, pelo apoio incondicional;

A minha filha amada Janine Ribeiro de Mendonça, uma das razões de não me fazer parar;

Minhas amadas irmãs, Claudia Rejane Ribeiro da Silva Girão e Claudete Ribeiro da Silva Macedo que oram e torcem por mim em tempo integral;

Aos meus sobrinhos queridos Raisla Ribeiro Girão e João Pedro Ribeiro Girão, outras razões de não me fazer parar;

Minha Orientadora, Dra Fabiane Caxico de Abreu Galdino, por mostrar-me diligentemente como fazer;

Às muitas amigas e amigos de uma vida, grandes incentivadores que, do mesmo modo, seria injusto citar nomes no risco de alguma ausência;

E a todos os Doutores e Pós-doutores, que trouxeram a mim todo conhecimento necessário para o decorrer deste doutorado;

Aos funcionários prestativos do IQB, em especial, ao amigo Aldy;

A todos que me fizeram rir, quando minha necessidade era chorar, nesse meio tempo em que precisei cumprir esse compromisso;

Às instituições de ensino, UFAL-IQB, UFPE-CETENE;

Aos órgãos fomentadores de Pesquisa científica, CAPES, FAPEAL, FACEPE.

Não entendo. Isso é tão vasto que ultrapassa qualquer entender. Entender é sempre limitado. Mas não entender pode não ter fronteiras. Sinto que sou muito mais completa quando não entendo. Não entender, do modo como falo, é um dom. Não entender, mas não como um simples de espírito. O bom é ser inteligente e não entender. É uma benção estranha, como ter loucura sem ser doida. É um desinteresse manso, é uma doçura de burrice. Só que de vez em quando vem a inquietação: quero entender um pouco. Não demais: mas pelo menos entender que não entendo.

*Clarice Lispector, A Descoberta do Mundo*

## RESUMO

É frequente o comprometimento patológico dos tecidos orais, esmalte e gengiva, durante o período de tratamento ortodôntico, devido ao favorecimento de acúmulo de resíduos alimentares e alterações de pH nos mesmos. O presente trabalho teve como objetivo propor uma resina ortodôntica com potencial bactericida e bacteriostático. A resina foi caracterizada por técnicas de espectroscopia na região do UV-VIS, FTIR, BET, além de análises de Impedância e microscópicas (MET), com os quais foi possível observar o comportamento da resina ortodôntica Othocem® nanoparticulada, pós-polimerização e após, separadamente, imersão em H<sub>2</sub>O, em solução NaCl pH 7,0, em solução de ácido clorídrico pH 2,0 e em solução de hidróxido de Sódio pH 10, simulando alterações de pH no meio bucal por um período de até 30 dias. Esses testes foram realizados com a resina pura e, posteriormente, enriquecida com extrato de própolis. Foram utilizados extratos alcoólicos comerciais e liofilizados das própolis amarela, verde e vermelha, que foram adicionados à resina Orthocen. Nas duas etapas foram obtidos resultados relevantes. Sendo que, na segunda etapa, repetiram-se os testes em UV-VIS, FTIR, BET e um teste de avaliação da adesividade com equipamento eletrônico para Cisalhamento. Os resultados significativos e mais evidentes ocorreram tanto com a resina pura quanto com a resina com própolis, imersas em soluções de pH 7 e pH 10. Observou-se a liberação de monômeros não alcançados pela polimerização, principalmente em meio salino e básico, como fator desfavorável. Observou-se boa homogeneização da própolis amarela e verde com a resina comercial conforme resultados de FTIR e BET. O teste de cisalhamento demonstrou que as adições de própolis não comprometeram o desempenho adesivo da resina comercial utilizada, através de Análise Estatística de variância, aplicado o teste Tukey, tornando-se perfeitamente viável a síntese de uma resina adesiva ortodôntica com ação sobre os patógenos causadores de cárie e gengivite durante o tratamento ortodôntico.

**Palavras-chave:** Adesivos ortodônticos. Resinas ortodônticas. Extrato de Própolis.

## ABSTRACT

Pathological involvement of oral tissues, enamel and gingiva, during the orthodontic treatment period is frequent, due to the favoring of accumulation of food residues and changes in pH in them. The present work aimed to propose an orthodontic resin with bactericidal and bacteriostatic potential. The resin was characterized by spectroscopy techniques like UV-VIS region, FTIR, BET, as well as impedance and microcosmic analyzes (MET), with which it was possible to observe the behavior of the nanoparticulate Orthocem® orthodontic resin, post-polymerization and after, separately, immersion in H<sub>2</sub>O, in NaCl solution pH 7.0, in hydrochloric acid solution pH 2.0 and in sodium hydroxide solution pH 10, simulating pH changes in the buccal environment for up to 30 days. These tests were performed with the pure resin and later enriched with propolis extract. Commercial and lyophilized alcoholic extracts of the yellow, green and red propolis were used, which were added to the Orthocem resin. In the two steps relevant results were obtained. In the second stage, the tests by UV-VIS, FTIR, BET and a test of evaluation of the adhesiveness with electronic equipment for shearing were repeated. The most evident and significant results occurred with both the pure resin and the resin with propolis, immersed in solutions of pH 7 and pH 10. The release of monomers not achieved by polymerization, mainly in saline and basic media, was observed as a factor unfavorable. Good yellow and green propolis homogenization was observed with the commercial resin according to FTIR and BET results. The shear test showed that propolis additions did not compromise the adhesive performance of the commercial resin used, through Statistical Analysis of Variance, applied the Tukey test, making it perfectly possible to synthesize an orthodontic adhesive resin with action on the causative pathogens of caries and gingivitis during orthodontic treatment.

**Keywords:** Orthodontic resins. Orthodontic resins. Propolis extract

## LISTA DE FIGURAS

<b>Figura 01</b>	Estrutura molecular polimérica da sílica.	16
<b>Figuras 02 e 03</b>	(02) Estruturas moleculares da Bis-GMA (03) TEGDMA.	17
<b>Figura 04</b>	Flavonóides poli-metoxilados identificados a partir de amostras de própolis cubana do tipo amarelo.	28
<b>Figura 05</b>	Bisnaga da Resina Orthocen da Empresa FGM do Brasil.	33
<b>Figura 06</b>	Imagens das própolis <i>in natura</i> e seus respectivos extratos alcoólicos, própolis vermelha (A), verde (B) e amarela (C).	34
<b>Figura 07</b>	(A) Equipamento usado no ensaio de Cisalhamento com (B) braquetes colados com a Resina Orthocen incrementada com própolis em dentes bovinos.	39
<b>Figura 08</b>	Diagrama esquemático do teste de cisalhamento	40
<b>Figura 09</b>	Fluxograma representativo do trabalho	41
<b>Figura 10</b>	Escala Colorimétrica Lumin-Vacuum; para resinas odontológicas com destaque para a aproximação de cores para as três amostras de resina homogeneizada com própolis amarela, verde e vermelha, da esquerda para a direita, em que revela uma melhor proximidade com a matriz dentária para a própolis amarela.	42
<b>Figura 11</b>	Espectros de UV-Vis das soluções aquosas após imersão da resina em diferentes tempos de contato. (A) H <sub>2</sub> O destilada, (B) pH 2,0, (C) pH 7,0 e (D) pH 10,0.	44
<b>Figura 12</b>	Gráficos dos experimentos de UV-VIS da resina Orthocen sem aditivo, polimerizada 1 e submersa nas soluções de H <sub>2</sub> O, pH 2,0, pH7 e pH10. Adsorbância em função do tempo.	45
<b>Figura 13</b>	Espectros de FTIR das soluções (A) de pH 7,0 e pH 10,0 após 10 dias de imersão das resinas após processo de Fotopolimerização; (B) Espectros de FTIR das resinas após processo de Fotopolimerização e após 10 dias de imersão em pH 7,0 e pH 10,0.	46
<b>Figura 14</b>	Cela eletroquímica à esquerda e circuito de Randles equivalente proposto para o sistema à direita.	48
<b>Figura 15</b>	Modelos de circuitos modelados para resinas sem imersão e imersas nos 04 diferentes meios.	49
<b>Figura 16</b>	Diagrama de Nyquist em eletrólito das resinas após imersão nos diferentes meios utilizando os seguintes parâmetros: amplitude 10 mV, na faixa de frequência de 300 MHz a 10 mHz, a 25 ± 1°C.	50
<b>Figura 17</b>	Imagens de MET das soluções aquosas de diferentes meios resultantes da imersão da resina FGM em (A) pH 7,0; (B) pH 10,0	51

<b>Figura 18</b>	Espectros A, B, C, D, E, F representam a análise em UV-VIS das soluções de pH 7,0 e pH 10,0 após imersão de resina incrementada com própolis amarela, verde e vermelha após 10 dias.	52- 55
<b>Figura 19</b>	Espectros de FTIR das resinas incrementadas com própolis amarela, ou verde ou vermelha sem e após imersão em soluções de pH 7,00 e pH 10,0.	56- 57
<b>Figura 20</b>	Espectros de FTIR, onde as amostras de resina foram incrementadas com própolis verde ou vermelha.	57- 58
<b>Figura 21</b>	Gráfico da adsorção da resina incrementada com própolis amarela após imersão nos diferentes meios pH 10,0, H <sub>2</sub> O, pH 7,0 (NaCl) e pH 2,0.	59
<b>Figura 22</b>	Gráfico dos resultados do Ensaio de Cisalhamento em Mpa, por espécie de própolis. Am (Amarela); Vd (verde); Vm (vermelha).	61
<b>Figura 23</b>	Índices de força de Cisalhamento aplicada sobre a colagem de braquestes em dentes incisivos bovinos.	62

## LISTA DE TABELAS

<b>Tabela 1</b>		27
<b>Tabela 2</b>	Valores de $R_1$ , $R_2$ , $CPE_1$ e $CPE_2$ dos experimentos de Impedância eletroquímica da resina em diferentes meios.	48
<b>Tabela 3</b>	Dados das áreas e volumes dos poros a partir dos experimentos de BET com a própolis amarela.	60
<b>Tabela 4</b>	Representação da Prospecção, nos principais bancos de patentes, referente à proposta aqui desenvolvida sobre Resina ortodôntica incrementada com própolis amarela como parte da pesquisa geral de própolis cubana do tipo amarelo.	81

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

BET	Análise de Brunauer Emmett Teller
BIS EMA	Bisfenol A polietileno glicidil metacrilato
BIS GMA	Bisfenol A glicidil metacrilato
COX	Ciclooxigenase
CQ	Canforoquinina
DC	Grau de conversão
EEP	Extrato Etanólico de Própolis
FTIR	Espectrometria transformada de Fourier
GC	Cromatografia gasosa
GICs	Cimentos de ionômero de vidro
HEAA	Hidroxietilacrilamida
HPLC	Cromatografia líquida de alta eficiência, do inglês, High Performance Liquid Chromatography
LED	Emissão de Luz diodo
MC	Cromatografia de massa
MET	Microscopia de Transmissão Eletrônica
MSNs	Nanopartículas de sílica mesoporosa
N <sub>2</sub>	Nitrogênio líquido
PD	Doença Periodontal
PDA	Detector com arranjo de fotodiodos, do inglês, Photodiode Array Detector
RMN	Ressonância Magnética.
TEG DMA	Trietileno glicol dimetacrilato
TG	Análise Termogravimétrica.
WMS-Si190	Sílica mesoporosa secundária 190nm
WMS-Si90	Sílica mesoporosa secundária 90nm
YCP	Própolis amarela cubana

## SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO</b>	14
<b>2</b>	<b>REVISÃO BIBLIOGRÁFICA</b>	16
<b>2.1</b>	<b>Resinas adesivas ortodônticas</b>	16
<b>2.2</b>	<b>Colagem e montagem dos aparatos ortodônticos</b>	19
<b>2.3</b>	<b>Fotopolimerização</b>	20
<b>2.4</b>	<b>Cáries e periodontites, doenças multifatoriais que podem ser contemporâneas do tratamento ortodôntico</b>	22
<b>2.5</b>	<b>Própolis</b>	25
2.5.1	Própolis amarela	27
2.5.2	Própolis verde	28
2.5.3	Própolis vermelha	29
<b>3</b>	<b>OBJETIVOS</b>	32
<b>3.1</b>	<b>Objetivo geral</b>	32
<b>3.2</b>	<b>Objetivos específicos</b>	32
<b>4</b>	<b>MATERIAL E MÉTODOS</b>	33
<b>4.1</b>	<b>Espectroscopia no UV-VIS</b>	35
<b>4.2</b>	<b>Microscopia de Transmissão Eletrônica (MET)</b>	36
<b>4.3</b>	<b>Espectroscopia de impedância eletroquímica</b>	36
<b>4.4</b>	<b>BET</b>	37
<b>4.5</b>	<b>Espectroscopia no Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR)</b>	37
<b>4.6</b>	<b>Própolis</b>	38
<b>4.7</b>	<b>Análise estatística</b>	41
<b>4.8</b>	<b>Colorimetria visual</b>	41
<b>5</b>	<b>RESULTADOS E DISCUSSÕES</b>	43
<b>5.1</b>	<b>Capítulo 1: Será adequado para submissão de artigo na revista Angle Orthodontist</b>	43
<b>5.2</b>	<b>Análise de impedância</b>	47
<b>5.3</b>	<b>Microscopia de Transmissão Eletrônica (MET)</b>	50
<b>5.4</b>	<b>Capítulo 2: Conteúdo a ser adequado a um próximo artigo</b>	51
5.4.1	Análises no UV-VIS	51

5.4.2	Experimentos de FTIR	55
5.4.3	Análise de BET	58
5.4.4	Teste mecânico de cisalhamento	60
<b>6</b>	<b>CONCLUSÕES GERAIS</b>	<b>63</b>
	<b>REFERÊNCIAS</b>	<b>65</b>
	<b>ANEXOS</b>	<b>80</b>
	<b>ANEXO 1</b> - Patente: Resina Ortodôntica incrementada com própolis amarela	<b>81</b>
	<b>ANEXO 2</b> - Registro de depósito de patente	<b>82</b>
	<b>ANEXO 3</b> – Declaração do Comitê de Ética - CEUA	<b>83</b>

## 1 INTRODUÇÃO

Desde que foi descrito por Newman (1965 *apud* SÁNCHEZ, 2012), o processo de colagem de bráquetes vem sendo aprimorado de maneira a tornar-se um passo clínico mais rápido e efetivo. Os avanços tecnológicos permitiram o desenvolvimento de diferentes agentes cimentantes, cada qual com características particulares. Os materiais resinosos passaram a incluir um fotoiniciador, tornando o adesivo fotopolimerizável e possibilitando ao profissional controlar o tempo de trabalho do material.

A maioria das resinas dentais consiste na matriz e preenchimento. A matriz é tipicamente derivada do sistema monomérico que inclui um sistema de iniciação de radical livre e o preenchedor é utilizado para reforçar a matriz orgânica. As resinas ortodônticas adesivas possuem essa mesma base química das resinas restauradoras com incrementos que visam melhorar seu desempenho referente à resistência ao descolamento, promovendo mínimos danos aos tecidos dentários e periodontais (LIU *et al*, 2014).

Apesar dos benefícios da aplicação adesiva de bráquetes, ainda existem desafios pelos quais o cimento/adesivo é submetido. Diferentemente de um agente de união utilizado em restaurações, os adesivos ortodônticos devem ter resistência adesiva suficiente para manter os bráquetes aderidos aos dentes pelo período do tratamento ortodôntico. Porém, ao final deste período que varia significativamente conforme o caso, a resistência adesiva do bráquete ao esmalte deve ser de tal maneira que permita a descolagem do mesmo sem danificar a estrutura do dente (MACHADO *et al*, 2012).

A dentística adesiva oferece atualmente a possibilidade da colagem de bráquetes diretamente ao esmalte dental e são eventos que marcaram significativamente o curso da Ortodontia. Esse procedimento simplificou a utilização do aparelho fixo promovendo uma redução significativa nas fases necessárias para sua instalação e tempo do tratamento ortodôntico. A adesão constitui a atração entre materiais similares ou dissimilares por vários mecanismos e processos físicos e forças intermoleculares. A interface adesiva compreende um "Adesivo" que é colocado em um "substrato (aderente)" (ÖZCAN; DÜNDAR; ÇÖMLEKOĞLU, 2012).

O mecanismo pelo qual o cimento consegue aderir-se ao dente fundamenta-se nos preceitos descritos na dentística adesiva restauradora. O condicionamento ácido em esmalte cria microporosidades que variam sua profundidade conforme a concentração do ácido e tempo de condicionamento e servirão para ancoragem da resina adesiva que flui por estes

poros. Após ser polimerizado, o adesivo apresenta a estabilidade necessária para fixar corretamente o bráquete e suportar a movimentação ortodôntica. (KENNETH; RAWLS; SHEN, 2013).

Devido ao desenvolvimento das técnicas de nanotecnologia e de preenchimento híbrido, a propriedade resistência ao desgaste, a qualidade estética e a longevidade dos compósitos resinosos foram aprimoradas (FENG, 2017).

Além disso, os aparelhos ortodônticos também podem interferir na higiene oral e cobrir partes consideráveis das superfícies dos dentes com material resinoso, levando a um aumento local na população de microorganismos total, alterando a homeostase microbiológica (SUGA, 2005).

Acredita-se que o desenvolvimento de um adesivo ortodôntico bacteriostático e/ou bactericida possa minimizar ou inibir o crescimento de microorganismos sem comprometer suas propriedades mecânicas como força de adesão. No entanto, não está claro se a associação diminui a força de adesão de adesivos para as superfícies dos dentes e se existe um agente antimicrobiano apropriado.

Visto que as resinas odontológicas são os materiais mais pesquisados, no sentido de maximizar seus potenciais de desempenho, investiga-se aqui a resina ortodôntica comercial Orthocem®, da Indústria brasileira FGM, incrementadas com três diferentes extratos de própolis, submetidos a várias técnicas espectroscópicas que oferecerão informações que podem definir quanto de incremento de própolis pode ou não comprometer as características boas já existentes e agregar valores mensuráveis que estabeleçam padrões de resultados que permitam reprodução e que possa apresentar ação local efetiva sob os microorganismos orais. A resina Orthocem foi eleita para esse experimento em função do uso pessoal na clínica ortodôntica, do preço acessível, de ter suas características físicas reconhecidas e pela disponibilidade da empresa Orthocem de permitir e firmar parceria nesta empreitada.

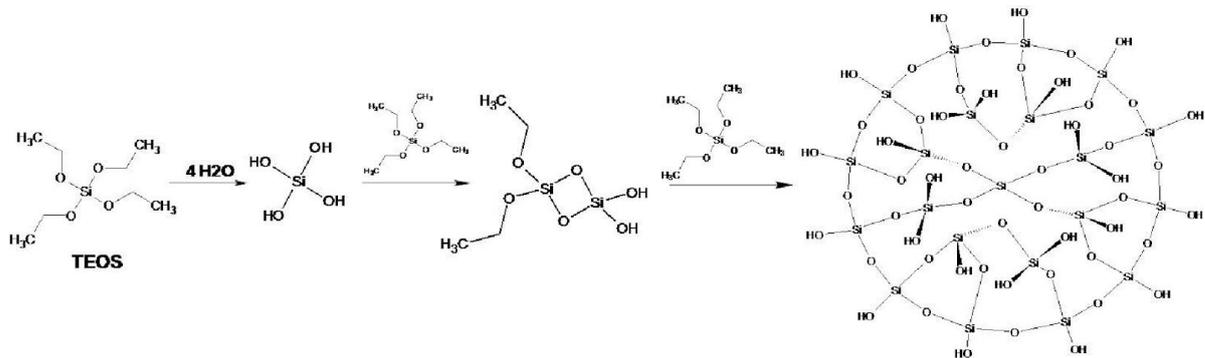
## 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 2.1 Resinas adesivas ortodônticas

#### Composição

Os compostos à base de resina dentária são constituídos por componentes orgânicos e inorgânicos. A fase orgânica que compreende diferentes monômeros de peso molecular que se polimerizam para produzir uma matriz polimérica e o conteúdo inorgânico que é geralmente composto por óxidos cerâmicos e/ou enchimentos de vidro (Fig. 01), além de sua morfologia, também está diretamente associada às propriedades físicas do material (FERRACANE, 2006).

**Figura 01** - Estrutura molecular polimérica da sílica



Fonte: AUTORA, 2018.

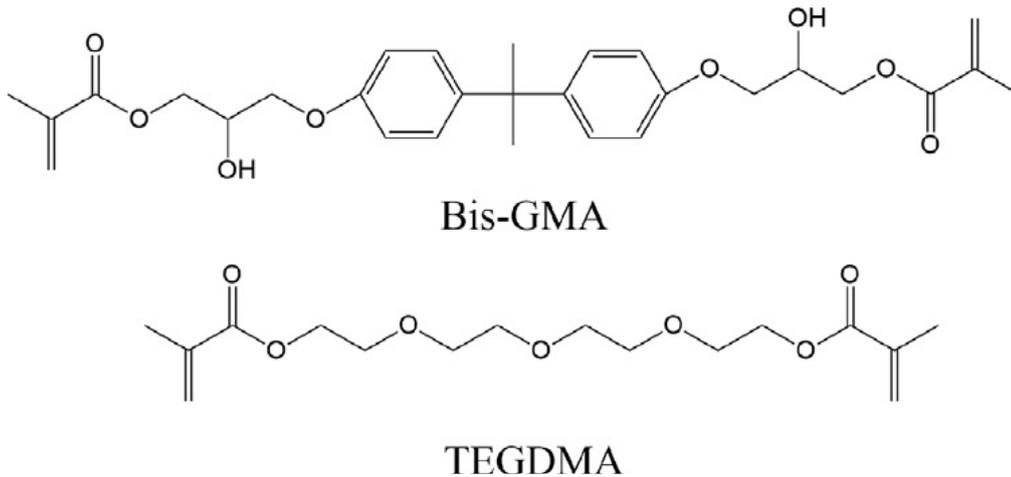
Os compósitos dentais geralmente consistem em metacrilatos baseados em uma matriz e 70% a 75% em peso de superfície de enchimentos cerâmicos (LIZENBOIMETAL, 2013).

A matriz de resina à base de metacrilato é sempre uma amostra de dois ou mais monômeros de metacrilato, dos quais os mais comuns são 2,2-bis [4-(2-hidroxi-3-metacriloxipropoxi) fenil] propano (Bis-GMA) e trietilenoglicoldimetacrilato (TEGDMA) (Fig. 02) (YIN, 2016).

Concordam com YIN 2016, que a matriz orgânica é composta por BisGMA (bisfenol A glicidil metacrilato), além de BisEMA (bisfenol A polietileno glicidil metacrilato) e TEGDMA (trietileno glicol dimetacrilato). Uma combinação de partículas nanométricas para

as formulações de nanoaglomerados que reduzem o espaço intersticial das partículas de carga. Isso aumentaria a porcentagem de carga e melhoraria as propriedades físicas de resistência e desgaste. (KHOSROSHAHI; ATAI; NOURBAKHSI, 2007)

**Figuras (02) – Estruturas moleculares da Bis-GMA.e (03) TEGDMA**



**Fonte:** [https://www.google.com.br/search?hl=pt/BR&tbm=isch&source=hp&biw=1517&bih=706&ei=bKBZXO3jCs\\_W5OUPmaG\\_wAY&q=estrutura+molecular+de++BIS+GMA+e+TEG+GMA&oq=estrutura+molecular+de++BIS+GMA+e+TEG+GMA&gs\\_l=img.3...1150.29561..33944...3.0..0.183.6264.0j46.....0....1..gws-wiz-img.....0..0j0i10i24.eOE9IQmXXBk](https://www.google.com.br/search?hl=pt/BR&tbm=isch&source=hp&biw=1517&bih=706&ei=bKBZXO3jCs_W5OUPmaG_wAY&q=estrutura+molecular+de++BIS+GMA+e+TEG+GMA&oq=estrutura+molecular+de++BIS+GMA+e+TEG+GMA&gs_l=img.3...1150.29561..33944...3.0..0.183.6264.0j46.....0....1..gws-wiz-img.....0..0j0i10i24.eOE9IQmXXBk)

Como propriedades de manipulação, um agente de acoplamento (geralmente um organossilano) liga-se a matriz polimérica com os componentes inorgânicos. No entanto, os compostos de resina nano-estruturados à base de resina são muito difíceis de processar com técnicas convencionais. (ESTEVEZ *et al*, 2015).

Existe uma forte tendência para a aglomeração de enchimento devido à maior ligação de hidrogênio por grupos hidroxilas e alta energia livre de superfície. É, provavelmente, um dos fatores que resulta na liberação pós-catalisação, dos subprodutos, não homogeneizados que não se submetem ao efeito agregador sob a ativação luminosa. Quanto menor o enchimento, mais difícil torna-se quebrar esses aglomerados para produzir uma distribuição homogênea dentro da matriz polimérica. A aglomeração de partículas também pode ser influenciada pelo tipo e fração do agente de acoplamento do ponto de vista clínico, uma aparência altamente estável pode aumentar a longevidade das restaurações. (SALGADO *et al*, 2017).

Clinicamente, uma liberação sustentada de íons é desejável para um efeito de inibição da cárie em longo prazo. Portanto, torna-se importante conhecer a cinética da liberação de íons ao longo do tempo. A literatura disponível apresenta diferentes perfis de liberação, dependendo das características e conteúdo da partícula, pH do meio de imersão e hidrofilicidade da matriz da resina (MOROVIC, 2014).

As propriedades ópticas e superficiais dos compósitos à base de resina podem ser modificadas por vários fatores, como: (a) o desgaste, (b) a degradação da matriz polimérica ou do material de enchimento, componentes de enfraquecimento da ligação matricial. Essas mudanças podem estar relacionadas a uma série de fatores, incluindo a absorção de água pela interface da matriz de enchimento, os produtos de oxidação que formam o co-iniciador de amina, os produtos de peróxido coloridos formados por reações de oxidação, ligações duplas, degradação do agente de acoplamento de silano e enchimento de reforço, lixiviação de monômeros não reagidos causados pela hidrólise e componentes do fotoiniciador que não foram consumidos durante a exposição à luz. (ESTEVEES *et al*, 2017).

A evolução com relação às partículas de carga ocorreu em função do sistema de moagem obtendo-se partículas de carga em escala nanométrica (BISPO, 2010).

Na verdade, as nanopartículas foram mais eficazes para o reforço mecânico da matriz de resina em comparação com as macropartículas. Entre estas nanopartículas, a sílica é desejável em resinas odontológicas porque oferece características estéticas altas e resistência superior (MOHAMMED *et al*, 2016).

Adesivos dentinários contemporâneos contêm maior concentração monômeros de resina hidrofílica para melhorar sua ligação ao substrato dentinário intrinsecamente molhado. A natureza hidrofílica do metacrilato iônico é ácida, copolímeros, que facilita a sorção de água do ambiente bucal quando exposto externamente a saliva e internamente aos fluidos da dentina hidratada subjacente. (TANAKA, 1999; UNEMORI, 2003).

A água penetra nas cadeias poliméricas e é acomodada na interface entre o enchimento inorgânico e a matriz orgânica. A absorção de água depende no tipo de preenchimento, tipo de agente de acoplamento e das resistências de ligação matricial. A resistência de ligação matricial diminui quando há mais eficácia do acoplamento entre enchimento e matriz. (KALACHANDRA, 1992). Esse fato se torna importante quando se considera que a adesividade eficiente depende de uma execução técnica isenta de molhamento (o que é de difícil controle) da superfície do esmalte condicionada, mesmo que o material em questão possua características hidrofílicas.

Sorção de água causa plastificação das cadeias poliméricas e diminui as propriedades mecânicas dos adesivos dentinários ao longo do tempo. Assim sendo, o trabalho de Yiu (*et al*, 2011) mostra que, quando incorporada em adesivos dentais hidrofílicos, a clorexidina pode reduzir parcialmente a degradação das ligações resina-dentina.

A fim de incrementar as características técnicas das resinas adesivas, as nanopartículas de sílica mesoporosa (MSNs) têm sido destacadas como nano-aditivos potenciais devido à sua biocompatibilidade, bem como sua capacidade de carregamento e entrega de biomoléculas devido à sua alta área superficial, alto volume total de poros e características morfológicas em nanoescala que são benéficas para ancoragem em outra matriz. Seria esta uma condição favorável para associação de uma resina adesiva associada a um bioproduto.

A capacidade de carga de um transportador de drogas é um aspecto importante para manter um efeito antimicrobiano contínuo na cavidade oral que é um recurso essencial para o uso clínico (LEE, 2016).

Recentemente, a sílica mesoporosa enrugada (WMS) atraiu muito interesse devido às suas características únicas, tais como estruturas ordenadas, alta área de superfície e boa biocompatibilidade (GAI, 2012; DHIMAN, 2016).

No trabalho desenvolvido por Ruili (*et al*, 2017), onde a sílica porosa, como enchimentos WMS bimodais, contendo WMS-Si90 ou WMS-Si190 foram introduzidos na produção de compósitos, todos permitindo 60% em peso de carga de enchimento e superando a limitação de carga de WMS unimodal (35% em peso). Os resultados mostram que os enchimentos WMS bimodais podem aumentar consideravelmente as propriedades mecânicas de compósitos finais.

Segundo o fabricante da resina Orthocen, e baseado na citação de RASTELLI, 2010, essas questões técnicas são supridas por esta resina adesiva; onde os testes de resistências ao Cisalhamento, por exemplo, estabelecem valores que variam de 2,8 MPa a 15 Mpa, como adequados para situações clínicas

## **2.2 Colagem e montagem dos aparatos ortodônticos**

A resistência adesiva dos bráquetes e dos acessórios deve ser suficiente para suportar as forças da mastigação e os esforços exercidos pelos arcos, bem como permitir o controle da movimentação dentária nos três planos do espaço. Ao mesmo tempo, a força de união deve ainda permitir a descolagem dos bráquetes sem causar danos à superfície do esmalte (RASTELLI, 2010).

Os avanços que contribuíram para o aperfeiçoamento da técnica da colagem de acessórios ortodônticos, tais como: a introdução do condicionamento ácido do esmalte por Buonocore (1968) e a sua associação às resinas compostas à base de Bis-GMA, fez com que essa técnica passasse a ser o método de escolha para a colagem dos acessórios ortodônticos.

Durante o tratamento com aparelho ortodôntico fixo, existem alguns problemas que poderão ocorrer, como: (1) fraturas ou até mesmo a perda do esmalte, que podem estar relacionadas ao pré-tratamento da superfície do esmalte durante a profilaxia e/ou durante o condicionamento com ácido fosfórico; (2) perda adicional do esmalte durante a descolagem dos braquetes, a remoção dos resíduos de material do dente ou os procedimentos de recolagem; (3) a descalcificação do esmalte ao redor dos braquetes, a qual é considerada o problema mais comum em pacientes que utilizam aparelho ortodôntico fixo. (RASTELLI, 2010).

Para Machado (*et al*, 2012), a força de adesão do suporte de uma resina adesiva pode ser influenciada por vários fatores. Em primeiro lugar, o desempenho da força de adesão está intimamente relacionado com a composição e características do próprio material adesivo, bem como as interações complicadas entre os vários materiais nas diferentes interfaces.

### **2.3 Fotopolimerização**

Dois aspectos da fotopolimerização se destacam nesse trabalho: primeiro ao que diz respeito à condição pós-polimerização que deve ser testada na proposição em pauta e as intercorrências advindas desta que serão discutidas nos resultados.

Para iniciar a fotopolimerização da resina composta é necessário que haja uma fonte de energia capaz de ativar o iniciador fotossensível que normalmente é a canforoquinona (CQ). A habilidade do fóton (unidade de energia irradiada) em ativar a canforoquinona é ditada pela sua energia individual, a qual é determinada pelo comprimento de onda emitido pela luz. Quando se eleva a intensidade de luz, aumenta-se o número de fótons emitidos, mas mantém-se o comprimento de onda; ou seja, a energia do fóton é determinada pela sua localização dentro de espectro eletromagnético e não pelo número de fótons presentes. Assim, a energia presente num feixe de luz de 100 mw é a mesma emitida num feixe de 2000 mw para um mesmo comprimento de onda, pois, apesar de o número de fótons ser bem maior numa intensidade maior de luz, a habilidade do fóton em interagir com a canforoquinona é a mesma. (RUEGGEBERG; JORDAN, 1993).

Ao longo dos anos, além das modificações na composição das resinas, houve alterações nos sistemas de fotoativação. Inicialmente, a ativação dos compósitos passava por uma reação química, na qual a polimerização se dava através da mistura de uma pasta base e uma catalisadora. Porém, esse processo apresentava inconvenientes como pouco tempo de manipulação, baixa resistência ao desgaste, alta contração de polimerização, fácil impregnação de corantes e estética pobre. (COOK, 1980).

O iniciador mais comumente utilizado nas resinas compostas é a canforoquinona (CQ) que absorve energia num espectro de luz visível azul, entre 400 a 500 nm, com o pico do comprimento de onda ideal em 468 nm.

A energia (fótons) será absorvida pela molécula, a qual passará para o estado excitado ou estado tríplice. Para acelerar esta reação de polimerização, uma quantidade de amina é adicionada à mistura. (DAVIDSON-KABAN *et al*, 1997).

Enquanto a canforoquinona permanece no estado excitado, esta colide com a amina, ocorrendo a transferência de elétron, resultando na formação de um radical livre. Este radical livre é uma molécula extremamente reativa, com um elétron livre na região externa, procurando formar uma ligação covalente. Este radical livre reagirá com o monômero, possuidor de uma ligação dupla de carbono (C=C), que iniciará a reação.

Desta forma, se inicia a reação em cadeia, na qual a ligação dupla de carbono, reagida com o radical, passa a ter um elétron livre à procura de outra ligação dupla para reagir. A reação de polimerização só terminará quando dois radicais complexos colidirem. Se o oxigênio estiver presente, os radicais livres irão preferencialmente reagir com ele, formando um radical de peróxido pouco reativo, gerando a inibição da polimerização. (RUEGGEBERG, 1999).

Quanto maior a intensidade de luz, maior número de fótons presentes e, quanto maior o número de fótons, maior o número de moléculas de CQ que atingirão o estado excitado para reagir com a amina e formar radicais livres. Assim, quanto maior for a intensidade de luz, maior será a extensão da polimerização da resina composta (FRIEDMAN, 1999).

Seabra (2000), testando a profundidade de polimerização de algumas marcas comerciais de resinas condensáveis, verificou que o tempo de exposição à luz interfere na profundidade de polimerização, podendo afetar o grau de polimerização mínimo determinado pelos fabricantes.

Muitos fatores podem afetar a cinética de polimerização das resinas aderentes, incluindo a concentração do fotoiniciador, a viscosidade, a exposição à luz, a posição de

composição monomérica. As propriedades físico-químicas foram avaliadas neste estudo e a adição de hidroxietilacrilamida (HEAA) que influenciou as propriedades mecânicas, o comportamento de polimerização e o tipo de monômeros eluídos residuais de nossas resinas adesivas experimentais (STÉFANI, 2015).

Para compensar a redução de moléculas de CQ não atingidas pela luz, deve-se aumentar o tempo de exposição e/ou a intensidade de energia de luz, a fim de dar oportunidade a essas moléculas de CQ de serem excitadas, colidirem com a amina e gerarem radicais livres (RUEGGERBERG, 1999).

Na pesquisa de Murthy (*et al*, 2015) foi decidido considerar 8 minutos como o tempo adequado para polimerização ideal com laser de argônio.

A eficiência da polimerização tem sido diretamente relacionada a melhorias na resistência de união de agentes ortodônticos fixadores resinosos. Se torna difícil avaliar o desempenho da força de adesão devido a “fatores essenciais como estresse decorrente de um arco ativado, associado a cargas oclusais; pH crítico e variação de temperatura pois não podem ser replicados em um ambiente laboratorial”. A polimerização inadequada pode diminuir as propriedades físicas desses materiais, levando a falhas de retenção na cavidade, aumento na solubilidade, presença de infiltração marginal e resposta pulpar aos monômeros não polimerizados. (MACHADO, 2012).

#### **2.4 Cáries e periodontites, doenças multifatoriais que podem ser contemporâneas do tratamento ortodôntico.**

Os biofilmes, definidos como comunidades de microrganismos imobilizados conjuntamente numa matriz de substâncias poliméricas extracelulares de origem microbiana, representam a parte maioritária de toda a vida microbiana, tanto em quantidade como em termos de atividade. (XAVIER, 2005).

A cárie dentária é uma doença resultante do desequilíbrio do binômio saúde-doença que se apresentam como lesões-sinais. Essas lesões podem se apresentar em estágios iniciais visíveis clinicamente (lesões de mancha branca ativa em esmalte) ou em estágios mais avançados, como as cavitações dentárias. (FERREIRA, 2012).

A cárie dentária ocorre quando há um desequilíbrio na relação físico-química entre o substrato dentário e o biofilme cariogênico formado sobre essa estrutura, resultando na sua destruição (MASKE, 2017). A etiologia da doença está relacionada principalmente à interação de fatores determinantes como dieta rica em sacarose, microbiota bucal e higiene

bucal inadequada (CARVALHO, 2018). Nos últimos anos, especial ênfase tem sido dada aos aspectos comportamentais da doença e, em especial, ao hábito de consumo de carboidratos fermentáveis, principalmente sacarose, o principal causador da doença cárie (SHEIHAM, 2015).

A cárie dentária envolve a dissolução progressiva do componente mineral dos tecidos dentais por ácidos orgânicos produzidos durante a fermentação de restos alimentares por bactérias na placa dentária. O desenvolvimento de lesões cariosas requer infecção por doença bacteriana orais, bem como um ambiente oral adequado para a sua sobrevivência e proliferação (LOUISE *et al*, 2014).

A cavidade oral oferece as condições ideais para esta abundante flora oral que formam biofilmes. Por um lado, facilita a multiplicação bacteriana com condições de temperatura favorável, umidade e suprimento de nutrientes da saliva e do fluido gengival crevial originado no epitélio livre da gengiva; e, por outro lado, oferece uma grande superfície dentária para aderir (RAYA 2017).

Noventa por cento (90%) dos microrganismos da boca são estafilococos, estreptococos ou enterococos. A cavidade bucal possui inúmeras espécies de microrganismos. Apesar da diversidade microbiana, poucas espécies estão relacionadas à doença cárie, como *Streptococcus mutans*, *Streptococcus sobrinus* e *Lactobacillus sp*, pois possuem as características específicas para participar do processo da doença (MARTINEZ, 2011).

A prevalência de lesões incipientes de cárie em pacientes ortodônticos é uma preocupação bem estabelecida levando a um resultado estético deficiente. Em geral, a associação de agentes antimicrobianos a adesivos fotoativados ortodônticos não comprometem sua força de ligação à superfície do esmalte. Digluconato de Clorexidina e associados foram os agentes químicos que diminuirão o vínculo de adesão (ALTMANN, 2018).

O desenvolvimento de um antimicrobiano adesivo ortodôntico deve minimizar a adesão e inibir o crescimento de microrganismos sem comprometer suas propriedades mecânicas como força de adesão. No entanto, não está claro se a associação diminui a força de adesão de adesivos para as superfícies dos dentes e se existe um agente antimicrobiano apropriado (ALTMANN, 2015).

Os acessórios ortodônticos colados nas superfícies dentárias dificultam a higienização e funcionam como retentores adicionais do biofilme levando à desmineralizações do esmalte, causando manchas brancas, cáries dentárias e gengivites (FALCÃO, 2004).

Ramirez (*et al* 2014), concluíram que 26,4% dos pacientes desenvolveram lesões de mancha branca durante o tratamento ortodôntico, houve diferenças significativas na distribuição por quadrantes ou por sexo, a prevalência de manchas brancas foi maior no terço gengival, no canino superior direito e nos dentes com maior tamanho de coroa clínica.

O uso de aparelho ortodôntico fixo provoca desarmonia na homeostasia microbiana oral, na medida em que os braquetes funcionam como retentores adicionais de restos alimentares, dificultando a higiene oral, sendo, desta forma, uma zona de excelência para o acúmulo e formação da placa bacteriana (GARCEZ; SUZUK, 2011).

O aparecimento de lesões de manchas brancas decorrentes da desmineralização do esmalte devido à ação dos ácidos orgânicos produzidos pelos micro-organismos, posteriormente promovem a inflamação gengival, causam hemorragia na sondagem e a exacerbação de doença periodontal pré-existente (NELSON-FILHO *et al*, 2011).

A inflamação da gengiva pode comprometer um ou mais áreas dentais e é causada pelo biofilme, uma fina película que adere à superfície dos dentes e se deposita no sulco gengival quando a higiene da boca não é realizada de forma adequada. No estágio inicial da doença, o osso e o tecido alveolar onde se fixam os dentes não são afetados. Sem os cuidados necessários, a gengivite pode evoluir para a periodontite, uma forma mais grave da doença que compromete todos os tecidos ao redor do dente (periodonto), que promovem sua sustentação, provoca reabsorção óssea, retração da gengiva e, conseqüentemente, mobilidade e perda dos dentes (WOLF; HASSELL, 2008).

As leveduras do gênero *Candida* são os patógenos oportunistas mais comuns entre as infecções orais na população. Estão presente como flora normal adaptada ao organismo humano, sendo capaz de provocar a candidíase em hospedeiro com defesas imunológicas comprometidas ou não (RODRIGUES, 2007).

Segundo Teixeira (2005), a *Candida albicans* é a mais frequente espécie com aproximadamente 60% das infecções, seguido de espécies não *albicans* como a *Candida krusei*, *Candida glabrata*, *Candida tropicalis*, *Candida.dublinskiensis*, *Candida parapsilosis* e outras.

Ocorrem aumentos nas contagens de *Candida spp* após a implantação de aparelhos ortodônticos fixos em função da geração de áreas estagnantes que favorecem a retenção de substrato e micro-organismos. Essa predominância também se observa na literatura tanto em pacientes imunocomprometidos como em imunocompetentes (CROCCO, 2012).

Segundo Kumar (2008), a cavidade oral exige cuidados constantes devido à proliferação de micro-organismos.

Vale considerar que a cárie e a gengivite podem trazer maiores comprometimentos a saúde geral como relata-se a seguir: Que a inflamação da gengiva progride e determinadas substâncias presentes na saliva se aderem ao biofilme, intensificando o processo inflamatório e criando condições favoráveis para a formação da bolsa periodontal, que afasta a gengiva dos dentes; Uma das complicações por gengivite é a endocardite bacteriana que é uma evolução grave da periodontite. Estudos mostram que as bactérias instaladas nas bolsas periodontais podem disseminar-se na corrente sanguínea, alojar-se nas válvulas cardíacas e comprometer a circulação do sangue e o funcionamento do coração (LINDHE; NIKLAUS; THORKILD, 2010).

Os estudos de Ameijeira (2017) destacam que a inflamação periodontal, que ocorre dentro de os tecidos gengivais, libera um grande número de mediadores que poderiam estar envolvidos no desenvolvimento e ataques da enxaqueca, como resultado, a cronificação. O que torna a presença do aparelho orthodontico em um paciente relapso um dispositivo propício a favorecer o surgimento das doenças orais mais corriqueiras.

## **2.5 Própolis**

A própolis é uma substância natural resultante da elaboração e alteração pela ação das enzimas salivares das abelhas, sobre as resinas da flora (pasto apícola), no momento da colheita para a construção e preservação de suas colmeias. Essas substâncias presentes na cera matam patógenos e impermeabilizam o favo de mel para chuva; devido à sua natureza adesiva (pegajosa) os intrusos são impedidos de entrarem na colmeia (RICH, 2011; DESWAL *et al*, 2016).

A própolis possui aroma característico (balsâmico e resinoso), dependendo da origem botânica, cor variável desde a amarelada, esverdeada clara ao pardo escuro. Pode ter um sabor de suave balsâmico a forte, amargo e picante e a sua consistência varia do maleável à ligeiramente rígida quando em temperatura ambiente (a depender do clima) e rígida em temperaturas abaixo de 20°C. É composta, em média, por 55% de resinas e bálsamos, 30% de ceras, 10% de óleos voláteis e 5% de pólen (NIKOLAEV, 1975).

Doze tipos diferentes de própolis já foram classificados de acordo com a localização terrestre e propriedades físico-químicas. No entanto, apenas três tipos diferentes pela origem botânica foram identificados (DESWAL *et al*, 2016).

Nos estudos de Hernandez, com base nas informações fornecidas pelos dados de RMN e HPLC-PDA, relatamos estudo quali-quantitativo de GC-MS de 19 amostras de própolis cubana amarela (YCP) coletadas em diferentes regiões de Cuba. Pela primeira vez, os triterpenóides pertencentes ao grupo oleanano, lupano, esqueletos de ursana e lanostano foram relatados como compostos principais na própolis. Além disso, a presença de flavonas polimetoxiladas ou flavanonas foi encontrada pela primeira vez em própolis (HERNANDEZ *et al*, 2010).

A própolis das zonas tropicais parece mostrar uma grande variedade de compostos orgânicos, incluindo prenilado, ácidos p-cumáricos, diterpenos, triterpenos, lignanas, prenilados benzofenonas, flavonóides e outros (AGA *et al*, 1994).

Pesquisas revelaram que é difícil padronizar os constituintes químicos e teores de flavonoides de própolis, uma vez que depende do ambiente, condição no local de coleta em sua origem, tipo de pólen de plantas e espécies de abelhas que produziram, segundo Xiaobo, Lifei e Baizhen (2006) e Toreti (*et al*, 2013).

WOJCIECH (2016) se especializou em flavonóides. Provou as propriedades antibacterianas e anti-oxidativas sobre radicais livres em varredura através de extrato etanólico de própolis (EEP).

A própolis brasileira foi previamente classificada por Park (*et al*, 2000) que descreveu treze grupos distintos de própolis brasileira. Verificou-se que própolis de várias regiões do Brasil apresentam composição química diferente, dependendo da flora local no local de coleta. A própolis do Brasil foi classificada em tipos de acordo com sua origem geográfica, composição química e planta de origem, como mostra a Tabela 1. Mais estudos devem ser feitos para padronizar a própolis.

**Tabela 1** - Classificação da própolis brasileira, de acordo com suas características físico-químicas e localização

Groups	Ethanollic extract of propolis	
	Color	Origin of propolis
Group 1 (RS5)	Yellow	Southern
Group 2 (RS1)	Brown	Southern
Group 3 (PR7)	Dark brown	Southern
Group 4 (PR8)	Brown	Southern
Group 5 (PR9)	Greenish brown	Southern
Group 6 (BA11)	Reddish brown	Northeast
Group 7 (BA51)	Greenish brown	Northeast
Group 8 (PE5)	Dark brown	Northeast
Group 9 (PE3)	Yellow	Northeast
Group 10 (CE3)	Dark yellow	Northeast
Group 11 (PI11)	Yellow	Northeast
Group 12 (SP12)	Green or greenish brown	Southeast
Group 13 (AL)	Red	Northeast

Fonte: (PARK *et al*, 2000)

### 2.5.1 Própolis amarela

Amostras do Nordeste e Sul do Brasil foram encontradas por Park, Ikegaki e Alencar (2000) e classificados no grupo 1 da região Sul e grupos 9 e 11 do Nordeste. Além disso, a própolis amarela de Cuba foi descrita por Cuesta-Rubio, Piccinelli e Fernandez (2007). Semelhante à própolis amarela coletada na região Centro-oeste do Brasil foi composta principalmente por triterpenóides pertencentes a oleanano, lupano, ursane e lanostane, são substâncias com potencial bactericida, anti-inflamatórias e bacteriostáticos (MACHADO, 2016) (Fig.3).

**Figura 04** - Flavonóides poli-metoxilados identificados a partir de amostras de própolis cubana do tipo amarelo

Compound	A-ring	B-ring	Compound	A-ring	B-ring
<b>I</b>	-OMe (2)	-OMe, -OH	<b>II</b>	-OMe (2), OH	-OMe (3)
<b>III</b>	-OMe (2), OH	-OMe, -OH	<b>VI</b>	-OMe (2), OH	-OMe, OH
<b>IV</b>	-OMe (2), OH	-OMe (4)	<b>VII</b>	-OMe (2), OH	-OMe (4)
<b>V</b>	-OMe (2)	-OMe (2), OH			
<b>VIII</b>	-OMe (2), OH	-OMe (2), OH			

Fonte: Hernandez, 2010.

A característica mais marcante no espectro de RMN  $^1\text{H}$  da própolis amarela é a ausência de sinais de compostos aromáticos e os hidrogênios de campo baixo são hidrogênios de vinilo a  $\sim 5,0$  a  $6,0$  ppm. Este indica a falta de abundância de compostos fenólicos (MACHADO *et al*, 2016).

### 2.5.2 Própolis Verde

A própolis do arbusto alecrim-do-campo (*Baccharis dracunculifolia*), conhecida também como própolis verde, é produzida dos ápices vegetativos desta planta (BASTOS, 1998; OLIVEIRA; BASTOS, 1998; BASTOS; OLIVEIRA, 2000; BANKOVA *et al*, 1999; PARK *et al*, 2002) que é invasora em várias regiões do Brasil. Entretanto, por razões ainda desconhecidas, esta própolis é produzida fundamentalmente no Sul, Leste, Centro e zona da mata de Minas Gerais, leste de São Paulo, norte do Paraná e em regiões serranas do Espírito Santo e Rio de Janeiro. A própolis de alecrim-do-campo constitui, portanto, um produto tipicamente brasileiro e, devido ao fato de ser altamente eficaz no combate a microrganismos (BASTOS, 2001; PARK *et al*, 2000; MARCUCCI *et al*, 2001; PEREIRA *et al*, 2002; FERRONATTO *et al*, 2007; LONGHINI *et al*, 2007; PACKER; LUZ, 2007; SIMÕES *et al*, 2008), é altamente valorizada no mercado internacional, sendo que, somente no Japão, movimenta um mercado da ordem de setecentos milhões de dólares ao ano (NASCIMENTO, 2005).

Própolis verde (tipo 12) do Sudeste do Brasil é atualmente a própolis brasileira mais exportada, é rica em artepilina C e outros fenólicos prenilados compostos com propriedades antitumorais potentes (SIMÕES; GREGÓRIO; SILVA FILHO, 2004).

Quanto maior atividade antibacteriana expressa pela própolis verde brasileira pode ser atribuída à sua composição química diferente e à sua alta concentração de flavonóides e

ácidos aromáticos como galangina, kaempferol, pinostrobrina e pinocembrina que mostraram alto efeito antibacteriano, como relatado por Grenho, Basros e Ferreira (2015).

Além disso, Scazzocchio (*et al*, 2006), também relataram que alguns constituintes tais como flavonóides (kaempferide, quercetina, galangina e pinocembrina), caféico, benzóico e os ácidos 4-hidroxi-3, 5-diprenilcinâmicos que podem atuar a inibição da RNA polimerase bacteriana, na membrana e parede celular microbiana, causando danos estruturais e funcionais.

### 2.5.3 Própolis Vermelha

Um 13º tipo de própolis brasileira foi posteriormente identificado como a própolis vermelha do Nordeste do Brasil (PICCINELLI *et al*, 2011). Pelo menos três triterpenóides foram já relatados para a própolis brasileira tipo 6 (cor vermelha), como  $\beta$ -amirina, lupeol e olean-12-en-3-ona (TRUSHEVA, 2006; RIGHI, 2011; PARK, 2002; ISHIDA 2011).

A composição química da própolis produzida no estado de Piauí (Brasil) resultou na identificação de seis triterpenóides derivados de ciclo-anano: ácido isomangiferólico, ácido mangiferólico, ácido mangiferônico, ácido ambônico, ácido ambólico e 24-metileno-ciclo-3, 26-diol. Os autores mencionaram que esses compostos foram previamente isolados da casca do caule de espécies de *Mangifera indica* (Anacardiaceae) e sugeriram que espécies podem ser a fonte de própolis da Piauí. Pentacíclico triterpenóides, tais como lupeol, am-amirina e am-amirina, e tipo cycloartenol tetracíclico, mostraram atividade e um efeito anti-inflamatório (SILVA *et al*, 2005).

Trusheva, Popova e Bankova (2006) mostraram que esta própolis vermelha era rica em fenólicos, triterpenóides, isoflavonóides e benzofenonas preniladas e um epóxido de naftoquinona foi isolado pela primeira vez de uma fonte natural.

Dentre as propriedades biológicas da própolis, a antimicrobiana tem sido a mais estudada. A própolis a tem sido objeto de estudos farmacológicos devido as suas propriedades antibacterianas, antifúngicas, antivirais, anti-inflamatória, hepatoprotetoras, antioxidantes, antitumorais, imunomodulatórias, entre outros (BANKOVA, 2005; FARINA *et al*, 2005; CUSHINIE *et al*, 2007).

A atividade biológica da própolis, anti-inflamatória observada na própolis parece ser devida à presença de flavonóides especialmente galangina que apresenta atividade inibitória contra a ciclooxygenase (COX) e lipoxigenase, e ácido hidroxicinâmico (KAMBUROGLU, 2011).

A própolis é classificada entre poucos remédios naturais que ainda manteve a sua popularidade ao longo do tempo devido à sua vasta gama de aplicações em odontologia como remédio. Sua extensa e ampla variedade de propriedades anti-inflamatória, anti-bacteriana, antiviral e anti-fúngica (ZOHAIB *et al*, 2017).

As propriedades da própolis em cuidados medicinais têm grande variedade de vantagens terapêuticas, ou seja, custo-efetivo e biocompatibilidade com a célula humana, sem toxicidade, reação de alergia limitada e pronta disponibilidade, pode ser amplamente utilizada nos cuidados medicinais (MARTINOTTI; RANZATO, 2015; CHENG; WONG, 1996).

A medicina oral é outra área em que os produtos da abelha são utilizados e sua eficácia foi estudada. Própolis brasileira pode melhorar a saúde bucal deficiente em pacientes com lábio leporino e fenda palatina em palato tratado com aparelhos ortodônticos em pacientes tratados com próteses parciais de acrílico (SFORCIN, 2017).

Nogueira (*et al*, 2007) constataram que os extratos de própolis provenientes das regiões de Minas Gerais e São Paulo mostraram atividade antimicrobiana para o micro-organismos *Streptococcus mutans* a partir de concentração equivalente à 0,6 µg/ L. Entretanto, a própolis de Minas Gerais foi a que se mostrou mais ativa entre as duas origens com a formação de halos de inibição maiores em placas de cultura.

Nas amostras de *Streptococcus agalactiae*, os diâmetros dos halos de inibição do crescimento bacteriano ao redor do disco foram maiores que aqueles observados para as amostras de *Staphylococcus aureus* e *Staphylococcus sp* coagulase negativos (PINTO *et al*, 2008).

Nam (*et al*, 2016) relataram que a própolis brasileira possui efeitos antimicrobianos contra *Streptococcus mutans* em a cavidade oral, inibindo a atividade enzimática e divisão celular. Concluiu-se ainda que a própolis poderia ser usada como alternativa de terapia natural contra as condições infecciosas da cavidade oral sem efeitos colaterais relatados.

Evidências de diferentes estudos avaliaram a vulnerabilidade do *Streptococcus mutans* sob o efeito da própolis no desenvolvimento de cáries e na atividade da enzima glicosil transferase em ratos em que se constatou que o extrato de própolis tem efeitos cariostáticos (HAYACIBARA *et al*, 2005).

Similarmente, resultados indiscutíveis dos autores mostraram que extratos de própolis limitam a formação de placa na superfície do dente que indiretamente reduz a cárie dentária (BUENO-SILVA *et al*, 2013; TENASIEWICZ *et al*, 2012).

O estudo de VALÉRIA *et al* (2011) investigou as propriedades mecânicas de cimentos de ionômero de vidro (GICs) combinados com própolis como uma substância antimicrobiana

natural. Própolis verde tipificada como extrato etanólico (EEP) ou na forma liofilizada (pó) foi incorporada em espécimes de Ketac Fil Plus, Chem Flex e Ketac Molar Easymix (TROCA, 2011).

Segundo Zarei (*et al*, 2017), nos resultados de seus estudos, a própolis pode induzir processos iniciadores da neoformação vascular (revascularização tecidual), nos dentes infectados com processos inflamatórios do cão maduro.

Durate (*et al*, 2006) relataram que os ácidos graxos da própolis fornecem um efeito cariostático, diminuindo a tolerância de microorganismos a baixo pH e desaceleração na produção de ácido.

A proposta de Lima (*et al*, 2018), que trata de uma composição monomérica antimicrobiana polimerizável, contendo metal, incorporado em matriz orgânica curável contendo um sistema de enchimento inorgânico, radiopacificante e de polimerização: contendo ainda extratos naturais selecionados de copaiba, butyral, vitis, cardol, cardanol, óleos essenciais, orégano, aroeira, alho e própolis; teve resultados de ação bacteriostática e bactericida sobre os microorganismos testados *in vitro*.

Outra proposta de Navarrete (*et al*, 2013), com extrato de própolis, para um agente umectante, um abrasivo e um agente espessante; com finalidades de controle microbiológico.

Por sua vez, Liu e Xu (2011) desenvolveu um agente analgésico e antipruriginoso contendo própolis.

Pasta de dentes contendo EEP (Extrato Etanólico de Própolis) e óleo de tea tree (extrato da planta Malalaica) foi mostrado para melhorar higiene e condição periodontal em pacientes tratados com próteses parciais de acrílico (SFORCIN; MAURÍCIO, 2017).

A proposta de Gee (2003), com uma composição útil no tratamento de infecção viral, feridas, lesões, úlceras e outros distúrbios da pele com uma combinação de produtos de abelha e cafeína. São todos exemplos de iniciativas de associação de bioprodutos (própolis) aos materiais de uso na saúde.

### **3. OBJETIVOS**

#### **3.1 Objetivo Geral**

- Caracterização da Resina comercial Ortodôntica Orthocem® antes e após a adição das própolis, para fins de colagem para montagem dos aparelhos ortodônticos.

#### **3.2 Objetivos Específicos**

- Caracterizar a resina comercial Ortodôntica Orthocem® através de espectroscopia em UV-VIS, FT-IR, BET, Impedância;
- Analisar a estabilidade da Resina comercial Ortodôntica Orthocem através espectroscopia em UV-VIS, FTIR, BET, Impedância;
- Identificar a presença de nanopartículas por Microscopia de transmissão eletrônica-MET nas soluções onde a resina comercial Ortodôntica Orthocem® pós polimerizada e mergulhada por trinta dias em 0,5ml de solução com pH 2,0; pH 7,0; pH 10,0 e H<sub>2</sub>O para analisar a estabilidade das resinas antes e após a adi própolis;
- Adicionar as própolis Amarela, Verde e vermelha à resina comercial Ortodôntica Orthocem®;
- Caracterizar e analisar a estabilidade do comportamento da resina comercial Ortodôntica Orthocem® após a homogeneização com os aditivos (própolis Amarela, Verde e vermelha), através das técnicas espectroscópicas de UV-VIS, FTIR, BET;
- Realizar teste de Cisalhamento, para avaliar as propriedades mecânicas da resina enriquecida com os extratos de própolis amarela, verde e vermelha.

## 4 MATERIAL E MÉTODOS

A resina comercial Orthocem® foi eleita por ser de amplo uso na clínica ortodôntica, por ser financeiramente viável, ter vantagens de tempo de serviço no procedimento, ter possibilitado a parceria e disponibilidade na execução do teste de cisalhamento na própria empresa FGM do Brasil. A resina Orthocem® é apresentada comercialmente como material adesivo dentinário incorporado (monocomponente), é fotoativado, possui viscosidade ideal, além de ter flúor incorporado à composição. Um resumo das principais características e vantagens está representado na figura abaixo (Fig.3).

**Figura 05** - Bisnaga da Resina Orthocem®, da Empresa FGM do Brasil



**Fonte:** Site da empresa Orthocen

<http://www.fgm.ind.br/site/produtos/dentistica-estetica/ortodontia-colagem-braquetes-orthocem/>

## Própolis

Para esse experimento foram utilizados Extratos Etanólicos comerciais das Própolis Amarela da empresa O Cortiço®, própolis Verde da empresa Apis Flora® e a própolis Vermelha da empresa O Cortiço® (Fig.4) os quais foram liofilizados no aparelho Thermo Savant - Micro Módulo, que posteriormente foram pulverizadas manualmente em grau e pistilo odontológico. Na sequência, as própolis foram pesadas nas proporções de 1%, 2% e 5%. O que em peso representam respectivamente: 1,2; 2,4; e 6,0 mg adicionadas aos 120 mg de resina Orthocen, homogeneizadas manualmente para as amostras de UV-VIS, FTIR e BET. E para o teste mecânico de Cisalhamento, a homogeneização mecânica no aparelho Speed Mixer DAC 150.1 FVZ-K CM 47, da empresa brasileira FGM; nas proporções mencionadas acima, para cada tipo de extrato agregado as 120 mg de resina Orthocen.

**Figura 06** - Imagens das própolis *in natura* e seus respectivos extratos alcoolicos, própolis vermelha (A), verde(B) e amarela(C).



**Fonte:** google imagem

[https://www.google.com.br/search?q=pr%C3%B3polis+in+natura&source=lnms&tbm=isch&sa=X&ved=0ahUKEwjF-oKjofLfAhWXIbkGHTaEAyAQ\\_AUIDygC&biw=1517&bih=706](https://www.google.com.br/search?q=pr%C3%B3polis+in+natura&source=lnms&tbm=isch&sa=X&ved=0ahUKEwjF-oKjofLfAhWXIbkGHTaEAyAQ_AUIDygC&biw=1517&bih=706)

#### 4.1 Espectroscopia no UV-VIS

Para o desenvolvimento da proposta aqui relatada, as porções de resina foram pesadas nas proporções adequadas hipoteticamente para a colagem dente a dente, do aparato ortodôntico, em aproximadamente vinte elementos dentários humanos envolvidos numa montagem completa do, ao que nesse experimento, representou 120 mg de resina. A resina foi pesada em balança de precisão UNI BLOC ARTY224; as porções de 120 mg foram planificadas entre plástico celofane, com rolo e aí mesmo, polimerizadas com aparelho foto polimerizador marca DX Turbo Led 1200, em número de três amostras. Foram preparadas 0,5 ml de H<sub>2</sub>O, de uma solução 0,01 mol.L<sup>-1</sup> de ácido clorídrico pH 2,0; de uma solução 0,01 mol.L<sup>-1</sup> de cloreto de sódio pH 7,0; e de uma solução 0,01 mol.L<sup>-1</sup> de hidróxido de sódio pH10; também em triplicatas, onde foram mergulhadas as amostras de resinas polimerizadas por 30 dias com finalidade de simular as alterações de pH ocorridas no ambiente oral. Posteriormente, para as leituras em UV-VIS, no equipamento AGILENT8453, em dias alternados, das amostras mergulhadas nos líquidos em triplicatas se deu com registros de comprimento de onda entre 200 a 400nm.

Justificando a sugestão de fluidos em diferentes pH, baseou-se na composição da saliva em situações distintas favorecida pelos microorganismos da flora oral. A saliva é um fluido exócrino contendo água, aproximadamente cerca de 99%. Outros elementos de suporte consistem de um componente orgânico que envolve sódio, cálcio, potássio, magnésio, bicarbonato, cloreto, rodanida e tiocianato (SNC), fosfato, potássio e nitrato. Enquanto isso, componentes inorgânicos consistem em amilase, peroxidase, maltase, proteína de albumina, kretinina, mucina, vitamina C, aminoácidos, lisozima, ácido lático e hormônios, como testosterona e cortisol salivar. Além disso, existem também anticorpos SIgA, lactoferrina, polipeptídeos e oligopeptídeos que contribuem para a defesa da mucosa oral epelícula (GANI, 2012). Uma vez que *S. mutans* só pode sobreviver no pH crítico de 4,5-5,0 (GANI, 2010) *C. albicans* pode crescer apenas no pH de 4,5-6,5,13 GANI BA 2011, enquanto *A. Actinomycescomitans* só pode crescer melhor no pH de 7-8,5,2 (ARDILA; ALZATE; GUZMÁN, 2012; LONCAR, 2011). Sendo esses patógenos os mais frequentes causadores das doenças orais como a cárie, a periodontite e a Candidíase respectivamente, além da condição de pH básico no momento da higienização, definiu-se então os limites de pH dos fluidos para estes testes.

Após as análises em UV-VIS, procedeu-se o preparo das amostras de resina para as análises em FTIR, BET e MET. Para as análises de FTIR e BET as amostras foram retiradas

dos fluidos, secas, pulverizadas com grau e pistilo odontológico, dissecadas em dessecador sob vácuo.

#### **4.2 Microscopia de Transmissão Eletrônica (MET)**

Realizou-se também observação em Microscopia Eletrônica de Transmissão MET - das soluções após os 30 dias de submersão. As amostras foram analisadas no Microscópio eletrônico de transmissão da marca MORGAGNI 20 (100kv). Para microscopia eletrônica dos fluidos, estes foram aplicados em “grids”, secos e submetidos à visualização.

#### **4.3 Espectroscopia de Impedância Eletroquímica**

A análise de Impedância tem o intuito de avaliar o comportamento elétrico de materiais sólidos ou líquidos (iônicos, semicondutores e até mesmo dielétricos) e dispositivos eletrônicos; onde o corpo de prova foi confeccionado, se envolvendo a extremidade de um fio de aço ortodontico, com a resina Orthocen polimerizada laminarmente no corpo extremo do fio que foi mergulhada por 30 dias em H<sub>2</sub>O, nas soluções de pH 2,0, pH10,0 e pH 7,0 antes da análise.

Os ensaios de espectroscopia de impedância eletroquímica (EIE) foram realizados em uma célula padrão composta por um eletrodo trabalho (fio de aço inox ZT 20'; revestido por resina ortodôntica Orthocen sem aditivo), uma espiral de platina foi utilizada como eletrodo auxiliar e como referência foi utilizado um eletrodo Ag/AgCl. Uma solução KCl 1 mol.L<sup>-1</sup> foi empregada como eletrólito suporte. Todas as medidas foram executadas em potenciostato/galvanostato Metrohm modelo AUTOLAB PGSTAT30 com módulo FRA para medidas de impedância.

Cada medida foi realizada no potencial de circuito aberto, após o período de 15min para estabilização, amplitude 10 mV, na faixa de frequência de 300 MHz a 10 mHz e temperatura a 25 ± 1°C.

Os dados experimentais foram modelados através do software NOVA1.10 no circuito equivalente abaixo onde R1, R2, CPE1, CPE2 correspondem aos parâmetros resistência e capacitância, respectivamente.

#### 4.4 BET

Análise de Brunauer – Emmett-Teller (BET), que se trata da caracterização por meio da adsorção, foi realizada usando um Analisador de porosidade de superfície ASAP 2420, Micromeritics, onde funciona com N<sub>2</sub> (nitrogênio líquido) como adsorbato na temperatura de (~ 77 K). Antes de medir a área de superfície, as amostras foram submetidas a 150 ° C por ~ 3 h. A área de superfície é calculada utilizando o multiponto para avaliação da porosidade do material. Este procedimento utiliza dados referentes à adsorção de um gás, usualmente nitrogênio, e equações provenientes do processo de adsorção identificado pelo procedimento que fornece como resultado a área superficial específica (COSTENARO, 2011). Para essa análise de BET as amostras das resinas foram fotopolimerizadas e mergulhadas por 30 dias, retiradas dos fluidos, secas, pulverizadas com grau e pistilo odontológico, dissecadas em dessecador sob vácuo e pesadas a 200 mg. As resinas com e sem própolis foram submetidas desse modo: Temperatura de banho: -195, 850° C, sem correção térmica, com massa da amostra: 0,1868 g, de espaço livre morno: 16,0000 cm<sup>3</sup>, Espaço livre frio: 45,0000 cm<sup>3</sup> Intervalo de equilíbrio: 5 s, Pressão Baixa Dose: Nenhuma.

#### 4.5 Espectroscopia no Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR)

As análises de Infra-vermelho Transformada de Fourier foram realizadas usando um espectrômetro FTIR (PIKE GladiATR Technologies.SSU-8000 second sampling unit – SHIMADZU do IQB-UFAL; realizando a Refletância Total Atenuada(ATR) com uma faixa de varredura de 4000 a 600 cm<sup>-1</sup> a uma velocidade de 4 cm<sup>-1</sup>/s e com uma média de 128 medições no espectro final (FORATO *et al*, 1997). Os líquidos para imersão, as resinas polimerizadas e não polimerizadas, com e sem própolis, foram submetidas a FTIR.

A espectrofotometria na faixa do infravermelho apresenta-se como uma poderosa ferramenta na identificação de compostos orgânicos e inorgânicos puros, pois é capaz de identificar diferentes ligações químicas entre átomos pelas deformações rotacionais e vibracionais, as quais absorvem energia em determinada frequência de ressonância, de acordo com as características químicas dos átomos envolvidos (SKOOG *et al*, 2010).

A espectroscopia no infravermelho tem sido usada devido à confiabilidade nos dados gerados em relação à caracterização, identificação e quantificação da estrutura da amostra

analisada. Além disso, uma das suas características é permitir análises utilizando amostras em diferentes estados físicos como sólidos, líquidos e gasosos (SHAI, 2012).

Um espectrômetro FTIR recolhe, simultaneamente, dados de uma vasta gama espectral, o que lhe confere vantagem sobre o espectrómetro dispersivo, que mede a intensidade num intervalo muito estreito de comprimentos de onda em cada medição (BERNANDES FILHO *et al*, 1998; COLNAGO *et al*, 2014).

#### **4.6 Resina enriquecida com extrato de própolis**

Para a segunda etapa dos experimentos, executou-se o preparo das amostras de resina agora com a incorporação das própolis amarela, verde e vermelha em três proporções para cada tipo a: 1%; 2% e 5%. O que representa em mg, 1,2 mg; 2,4mg e 6,0 mg, respectivamente, para serem homogeneizados aos 120 mg de resina Orthocen que totalizaram em número de triplicatas para cada proporção e tipo de própolis, 27 amostras homogeneizadas, fotopolimerizadas e mergulhadas em 0,5 ml de solução pH 7,0 e 27 amostras homogeneizadas, fotopolimerizadas e mergulhadas em 0,5 ml de solução pH 10, para as análises no UV-VIS. Posteriormente, ao fim dos 30 dias repetiu-se o mesmo protocolo de preparo para as análises de FTIR e BET, das resinas com as própolis, exceto as análises de impedância e microscopia.

#### **Teste mecânico**

Para constatação de alterações nas características mecânicas da resina enriquecida com as própolis, usadas para colar os braquetes da marca Morelli® Roth 10.10.201 na superfície de incisivos bovinos, adquiridos em matadouro privado MAFRIAL-AI, os quais foram devidamente desinfetados e higienizados, com jato de bicarbonato, conforme norma ISO/TS 11405 (2003), sendo mantidos devidamente hidratados até a utilização dos mesmos. Os dentes bovinos foram autorizados pelo Comitê de ética (declaração em anexo) para experimento com órgãos de animais. Segue anexo o respectivo documento. Os braquetes foram fixados por ataque ácido como preconizou Buonocore (1968), da superfície dental e colados através dessa mistura proposta de resina, a qual foi polimerizada nos dentes bovinos para em seguida serem submetidos aos testes de resistência ao Cisalhamento, na Máquina de ensaios Universal-EMIC DL (Fig. 5 A e B).

**Figuras 07 (A)** - Equipamento usado no ensaio de Cisalhamento com **(B)** braquetes colados com a Resina Orthocen incrementada com própolis em dentes bovinos.

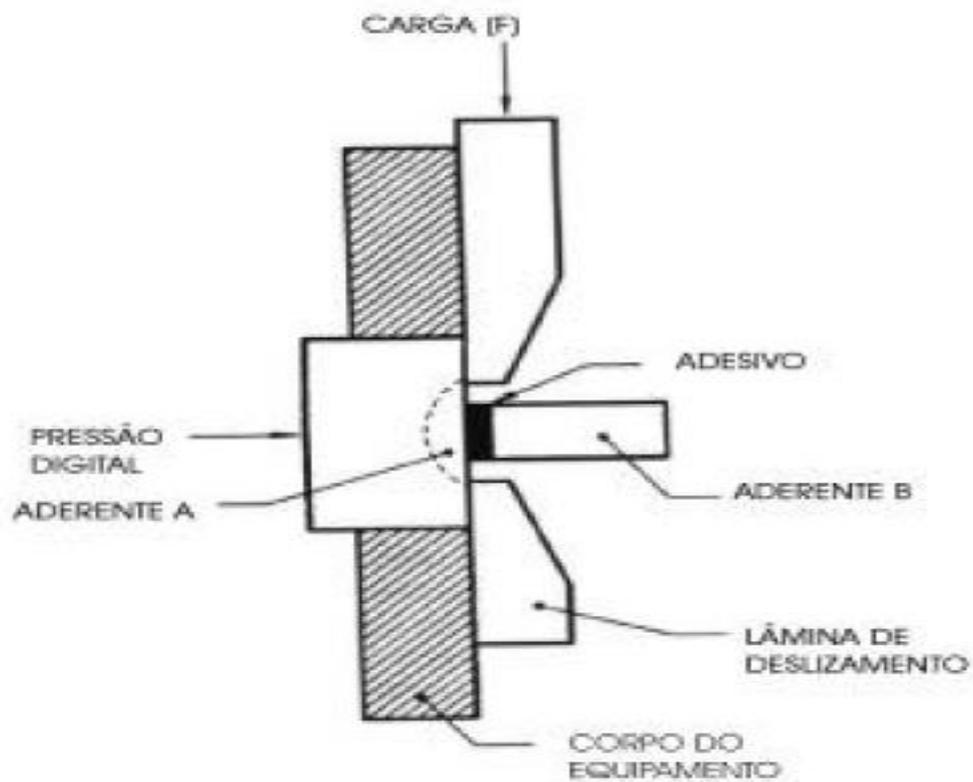


Fonte: EMPRESA FGM DO BRASIL

Na última etapa deste trabalho, submeteram as amostras de dentes incisivos bovinos contendo o braquetes adesivados ao ensaio de Cisalhamento que consta de testes mecânicos que nos remete à ideia de cortar como uma guilhotina.

O teste de Cisalhamento é um dos mais simples e amplamente utilizado. Nesse teste, a união é rompida por uma força aplicada paralelamente à interface adesiva. Para realização deste ensaio, espécimes em forma de cilindro e com diâmetro variando de 3 a 4 mm são necessários. Este espécime é unido a um substrato plano por meio de um adesivo. Para se obter o valor da resistência adesiva, a carga é aplicada neste conjunto (na interface) por meio de uma ponta que está acoplada em uma máquina de ensaio universal (Fig. 6). Assim, pela divisão da força aplicada pela área adesiva total obter-se-á a resistência de união induzida pela tensão de Cisalhamento. O teste pode ser realizado através de uma haste metálica ou uma alça de fio de aço, justapostas o mais próximo possível da interface adesiva. A ISO TR 11405 recomenda o dispositivo proposto por Noguchi (*et al*, 1982), que consiste de uma base sólida para a fixação do espécime e uma barra deslizante adaptada nessa base para o carregamento da carga (GARCIA, 2002).

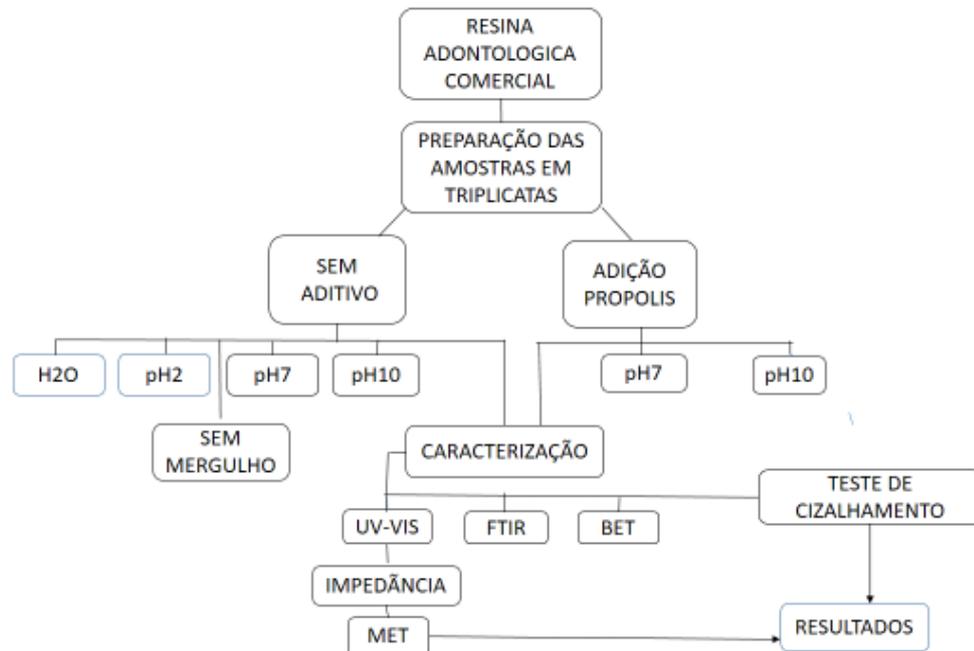
**Figura 08** – Diagrama esquemático do teste de cisalhamento. (ISO TR 11405/1994)



Fonte: (AUTORA, 2018).

Um resumo dos experimentos deste trabalho estão representados no fluxograma abaixo (Fig. 7).

**Figura 09** - Fluxograma representativo do trabalho



Fonte: (AUTORA, 2018).

#### 4.7 Análise estatística

O teste de Cisalhamento foi realizado por um delineamento inteiramente casualizados em arranjo fatorial  $2+3^2$  contendo 10 dentes incisivos bovinos, preparados previamente para cada tipo das três própolis (amarela, verde e vermelha) e para cada proporção adicionada de 1%, 2% e 5%. Os fatores foram ausência e presença de própolis, três tipos de própolis e três concentrações de cada uma delas. Os dados foram submetidos à análise de Variância (ANOVA) e teste de *post hoc de TuKey* a 5% de significância no Software digital MiniTab 18.1 (Versão gratuita).

#### 4.8 Colorimetria Visual

A cor para um espectro dental é dividida em matizes, croma e valor (HIRATA, 2001). Seguindo, portanto, a escala VITA, o matiz A corresponderia ao marrom (antigamente, o universal) que representa a maioria dos pacientes (SZESZ *et al* 2011). O matiz B amarelo com um pouco de marrom, o C cinza com pequena quantidade de marrom e o D rosa avermelhado

com um pouco de marrom. Partindo do princípio de que só poderiam corresponder a matizes verdadeiros as cores do arco-íris, o cinza não representaria um matiz verdadeiro; a VITA lançou recentemente uma escala corrigindo esta falha. Nesse experimento a resina com própolis que apresentou coloração mais próximo ao matiz dentário foi a resina com própolis amarela, próximo de A2 (TOKUMI, 2007) (Fig 8).

**Figura 10** – Escala Colorimétrica Lumin-Vacuum; para resinas odontológica com destaque para a aproximação de cores para as três amostras de resina homogeneizada com própolis amarela, verde e vermelha, da esquerda para a direita. Em que revela uma melhor proximidade com a matiz dentária para a própolis amarela.



Fonte: AUTORA, 2018

## 5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Os resultados serão apresentados em forma de três capítulos. Nos capítulos 1 e 2, os resultados serão discutidos em forma de dois artigos científicos (B1 na área Biotecnologia) e o capítulo 3, uma patente submetida Processo: BR 20 2018 0113440.

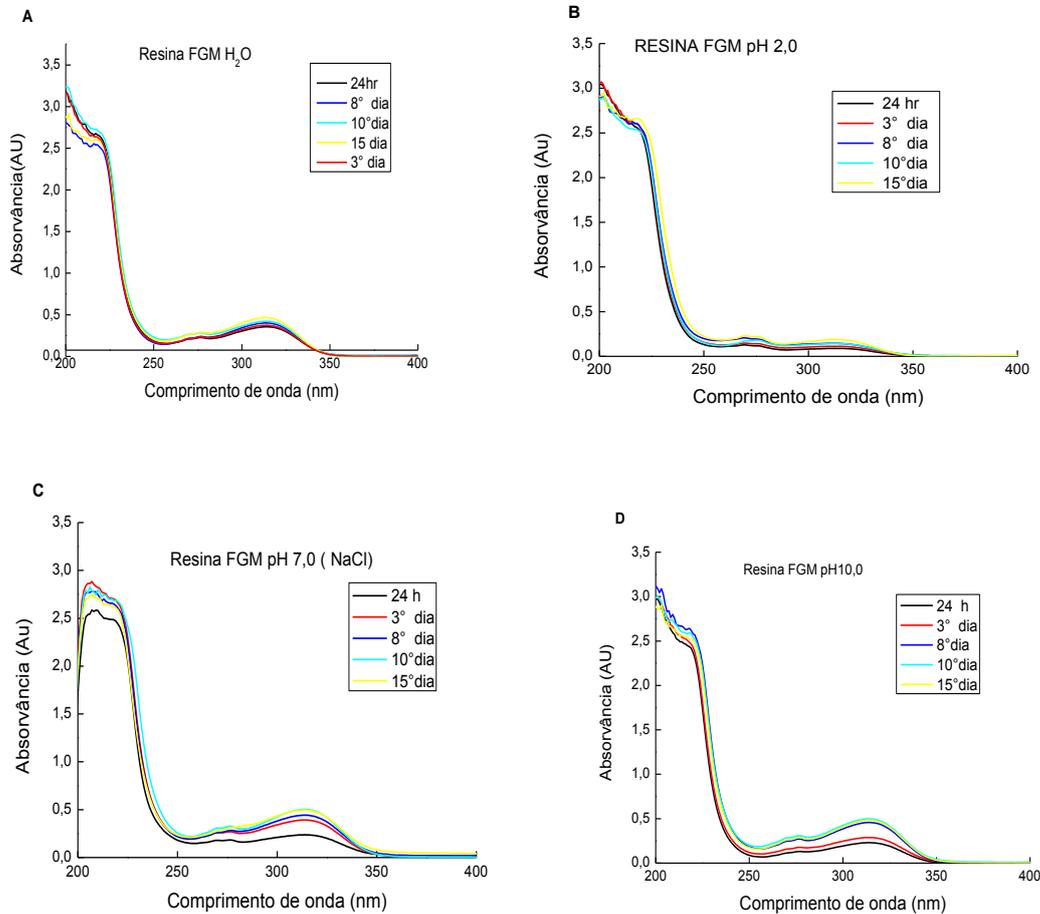
**5.1 Capítulo 1:** Será adequado para submissão de artigo na revista *Angle Orthodontist*.

**Título:** Estudo da Liberação de Compostos e Nanopartículas presentes em Resina Ortodôntica no meio Oral

O presente trabalho tem como objetivo monitorar, através de diferentes técnicas analíticas UV-VIS, FTIR, BET, Impedância e MET, a liberação de produtos residuais pós polimerização das resinas odontológicas com nanopartículas, segundo o fabricante da marca, especificamente a ortodôntica FGM submetida a meios líquidos aquosos em temperatura ambiente. Ou seja, H<sub>2</sub>O, pH 2,0, pH 7,0 e pH10,0, por um período de até 30 dias e, posteriormente, submetidas as análises acima citadas.

Nos gráficos de UV-VIS (Figuras 9 A, B, C e D) das soluções, verificou-se a presença de duas bandas de absorção entre 250 e 350 nm que aumentam de intensidade até o décimo dia de imersão. A partir daí, ocorre um decréscimo das intensidades das bandas, principalmente a que ocorre em 313 nm. Essas bandas são mais evidentes e intensas nas soluções de pH 10,0 e pH 7,0 (NaCl) sugerindo que a resina pode ser menos estável na presença de alimentos salgados e de substâncias com pH básico que representam parte dos produtos de higiene bucal, o que se considera fator crítico pois a higienização quando da presença de aparelhos ortodônticos deve ser constante e criteriosa. Como podemos observar nos experimentos abaixo citados sobre os limites de pH oral benéficos ou causadores de danos patológicos serviram para delinear os limites de pH dos fluidos para imersão das resinas nesse experimento: (SANTOS *et al*, 1998 apud TOLENTINO *et al*, 2010) usando como parâmetros a fermentação e a síntese de polissacarídeos extracelulares. Os resultados mostraram que, para a redução de ambos os parâmetros, a solução de NaF ácida (pH 3,0) apresentou resultados muito superiores aos das soluções neutra (pH 7,0) e alcalina (pH 9,0). Estes dados sugerem que, sempre que possível, o pH das soluções utilizadas para bochecho deveria ser ácido, para que fossem obtidos melhores resultados em relação à prevenção, no que diz respeito à alteração do metabolismo dos microorganismos orais.

**Figura 11** - Espectros de UV-Vis das soluções aquosas após imersão da resina em diferentes tempos de contato. (A) H<sub>2</sub>O destilada, (B) pH 2,0, (C) pH 7,0 e (D) pH 10,0.



**Fonte:** AUTORA, 2018.

Estudos sugerem que o pH crítico varia entre 5,2 e 5,5; o pH do meio bucal muito ácido pode interferir na dissociação iônica dos complexos fosfatados tanto salivar quanto da própria bebida, dificultando a ação remineralizante. Os sucos de frutas e outras bebidas analisadas neste estudo revelaram valores abaixo do pH crítico para desmineralização dental (5,5), sendo portanto potencialmente erosivos (SOBRAL, 2000).

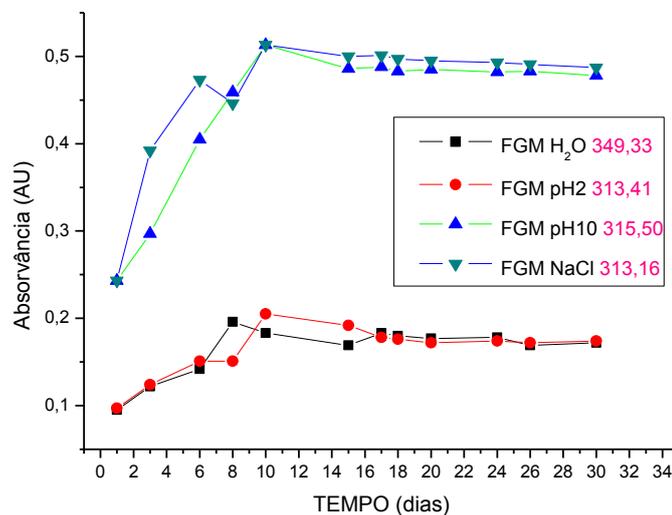
Nos estudos de Andrade (1998), três dentifrícios apresentaram pH abaixo de 7 (Oral B Dentes e Gengivas com pH 6,1, Kolynos Ação Total com pH 6,3 e Close Up com Flúor com pH 6,9). Houve também uma variação bastante significativa entre as diferentes marcas estudadas, sendo que apenas três delas ficaram abaixo de 7 (Close Up, Kolynos Ação Total e Oral B Dentes e Gengivas)

Essas bandas observadas em solução podem estar associadas à liberação tanto de nanopartículas, como de monômeros da resina e ou subprodutos gerados após o processo de

fotopolimerização. Este comportamento é preocupante já que se trata de material odontológico destinado a permanecer por um longo prazo no ambiente oral. Uma observação interessante é que o processo de fotopolimerização interfere nas intensidades dessas bandas evidenciando que a qualidade da polimerização sobre determinada camada de resina tem um diferencial significativo mesmo com a evolução dos aparelhos fotopolimerizadores.

No gráfico abaixo percebe-se com mais clareza que essa instabilidade da resina foi maior em meios salinos e básicos e em até aproximadamente o décimo dia de contato (Figura 10).

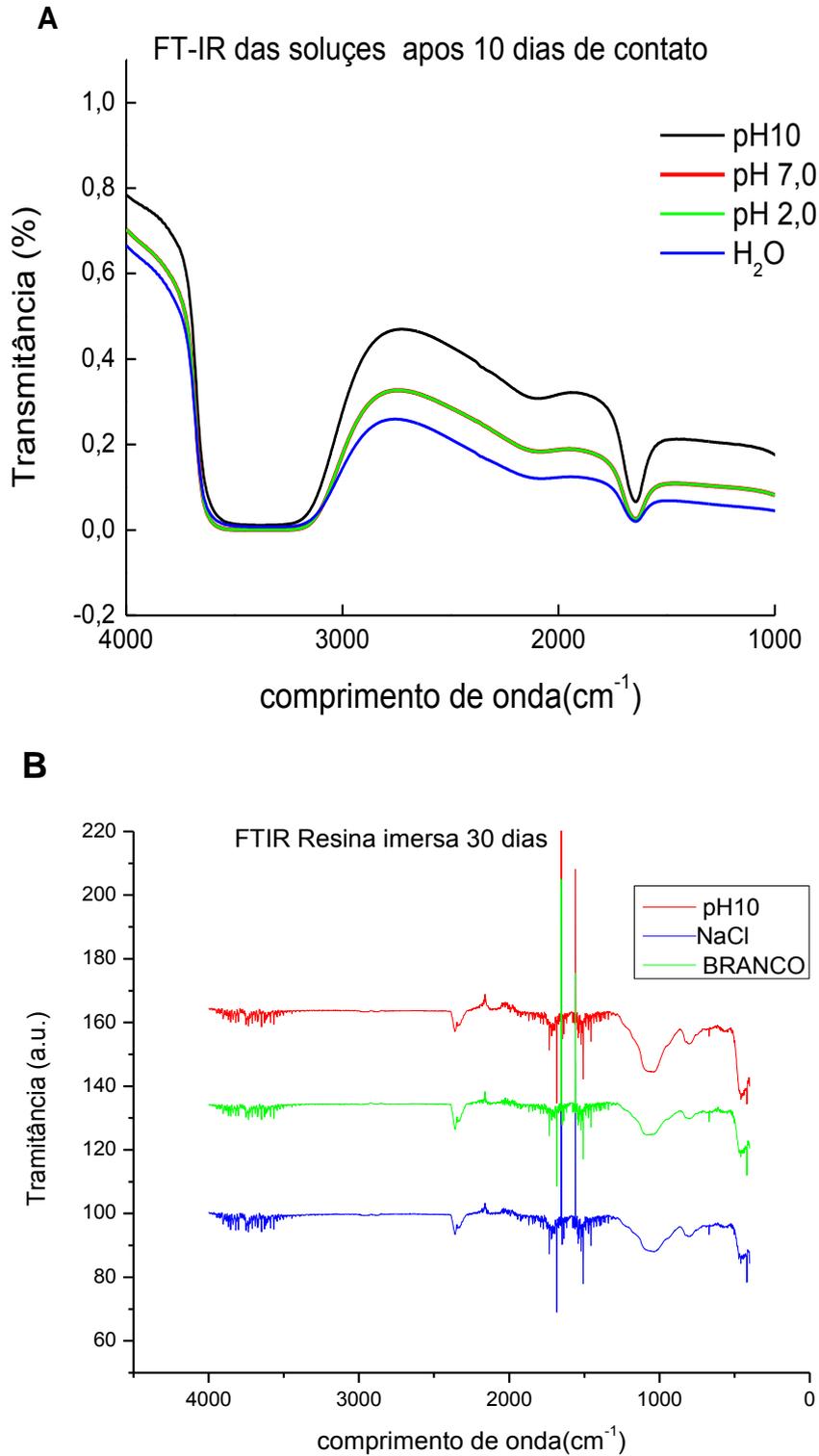
**Figura 12** - Gráficos dos experimentos de **UV-VIS** da resina Orthocem sem aditivo, polimerizada 1 e submersa nas soluções de H<sub>2</sub>O, pH 2,0, pH 7,0 e pH 10,0. Absorbância em função do tempo.



**Fonte:** AUTORA,2018.

Experimentos de FTIR (Figuras 11 A e B) corroboram com os estudos realizados no UV-VIS. Achou-se necessário testar em FTIR a resina pura para estabelecermos parâmetros para o que ocorreria após a adição das própolis. Nos espectros apresentados nas figuras abaixo estão representados os resultados de FTIR tanto das soluções e quanto das resinas antes e após contato com os dois meios nos quais as resinas demonstraram mais instabilidade de acordo com os experimentos de UV-VIS, ou seja, pH 7,0 e pH 10,0.

**Figura 13** - Espectros de FTIR das soluções (A) de pH 7,0 e pH 10,0 após 10 dias de imersão das resinas após processo de Fotopolimerização; (B) Espectros de FTIR das resinas após processo de Fotopolimerização e após 10 dias de imersão em pH 7,0 e pH 10,0.



Fonte: AUTORA, 2018.

Em solução, Figura 11, verificou-se a presença de dois picos intensos. Um pico largo entre 3000-4000  $\text{cm}^{-1}$  e outro em 1635  $\text{cm}^{-1}$ . Esses picos indicam a liberação de compostos com grupos hidroxílicos e carbonilas (C=O) nas soluções a partir das resinas. Através das bandas dos espectros da resina pode-se notar a presença de picos nas regiões entre 3300-3600  $\text{cm}^{-1}$  atribuídos aos grupos O-H (hidroxila) formada a partir da abertura do anel epóxido que se originou a partir da molécula Bis-GMA dentro da resina Orthocem®, indicando a obtenção do monômero desejado (SGARBI, 2006). As bandas entre 2980 e 2930  $\text{cm}^{-1}$  foram atribuídas ao estiramento C-H do grupo metil. Alguns dos outros picos apresentados na figura 5B, os quais estão relacionados aos monômeros metacrilatos da resina estão relacionados à deformação axial da ligação C=O do ester localizado na banda intensa a 1722  $\text{cm}^{-1}$ , enquanto as bandas a 1639  $\text{cm}^{-1}$  foram atribuídas à deformação axial C=C, e estiramento C=C do grupo aromático a 1609  $\text{cm}^{-1}$ . A banda em 1318  $\text{cm}^{-1}$  foi atribuída a deformação axial da ligação C-O de éster. Apresentam-se mudanças na intensidade relativa dos respectivos picos tanto ao pico 1639  $\text{cm}^{-1}$  e ao pico 1609  $\text{cm}^{-1}$  como uma função da duração da exposição ao tempo da polimerização. Como esperado a intensidade decresce com o tempo de fotopolimerização.

Entre outros grupos, os que apresentam maior interesse são as ligações duplas entre átomos de carbono C=C que apresentam bandas na região de 1639  $\text{cm}^{-1}$ , pois a presença destes sinais no espectro de FT-IR indica a presença de monômeros não reagidos na amostra, o que significa que a polimerização não foi completa. (SGARBI, 2006).

As duplas ligações de carbono encontradas na faixa entre 1609  $\text{cm}^{-1}$  e 1650  $\text{cm}^{-1}$  indicam que na resina Orthocem® apresentaram-se monômeros residuais que não sofreram polimerização com o aparelho de luz a base de LEDs.

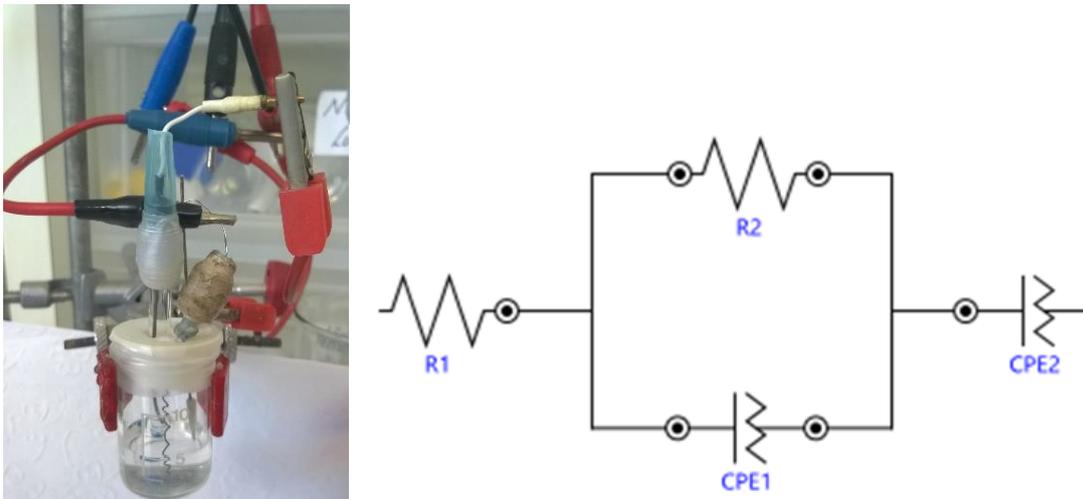
## 5.2 Análise de impedância

Os ensaios de espectroscopia de impedância eletroquímica (EIE) foram realizados em uma célula padrão composta por um eletrodo trabalho (fio de aço inox ZT 20'; revestido por resina ortodôntica Orthocem sem aditivo), uma espiral de platina foi utilizada como eletrodo auxiliar e como referência foi utilizado um eletrodo Ag/AgCl. Uma solução KCl 1  $\text{mol.L}^{-1}$  foi empregada como eletrólito suporte. Todas as medidas foram executadas em potenciostato/galvanostato Metrohm modelo AUTOLAB PGSTAT30 com módulo FRA para medidas de impedância.

Cada medida foi realizada no potencial de circuito aberto, após o período de 15min para estabilização, amplitude 10 mV, na faixa de frequência de 300 MHz a 10 mHz e temperatura a  $25 \pm 1^\circ\text{C}$ .

Os dados experimentais foram modelados através do software NOVA1.10 no circuito equivalente abaixo onde R1, R2, CPE1, CPE2 correspondem aos parâmetros resistência e capacitância, respectivamente (Fig, 12).

**Figura 14** - Cella eletroquímica à esquerda e circuito de Randles equivalente proposto para o sistema à direita.



Fonte: AUTORA 2018.

O modelo compreende um circuito de Randles (Figura 12) em série a um elemento de fase constante. O primeiro representa a interação na interface metal/solução enquanto o segundo representa a capacitância atribuída pela resina ortodôntica.

De acordo com a tabela abaixo (Tabela 1), pode-se notar a redução de R2 e a aumento do CPE1 em todos os corpos de prova, indicando a perda de material do revestimento, sendo mais notáveis nas resinas imersas em pH 7,0 e 10,0.

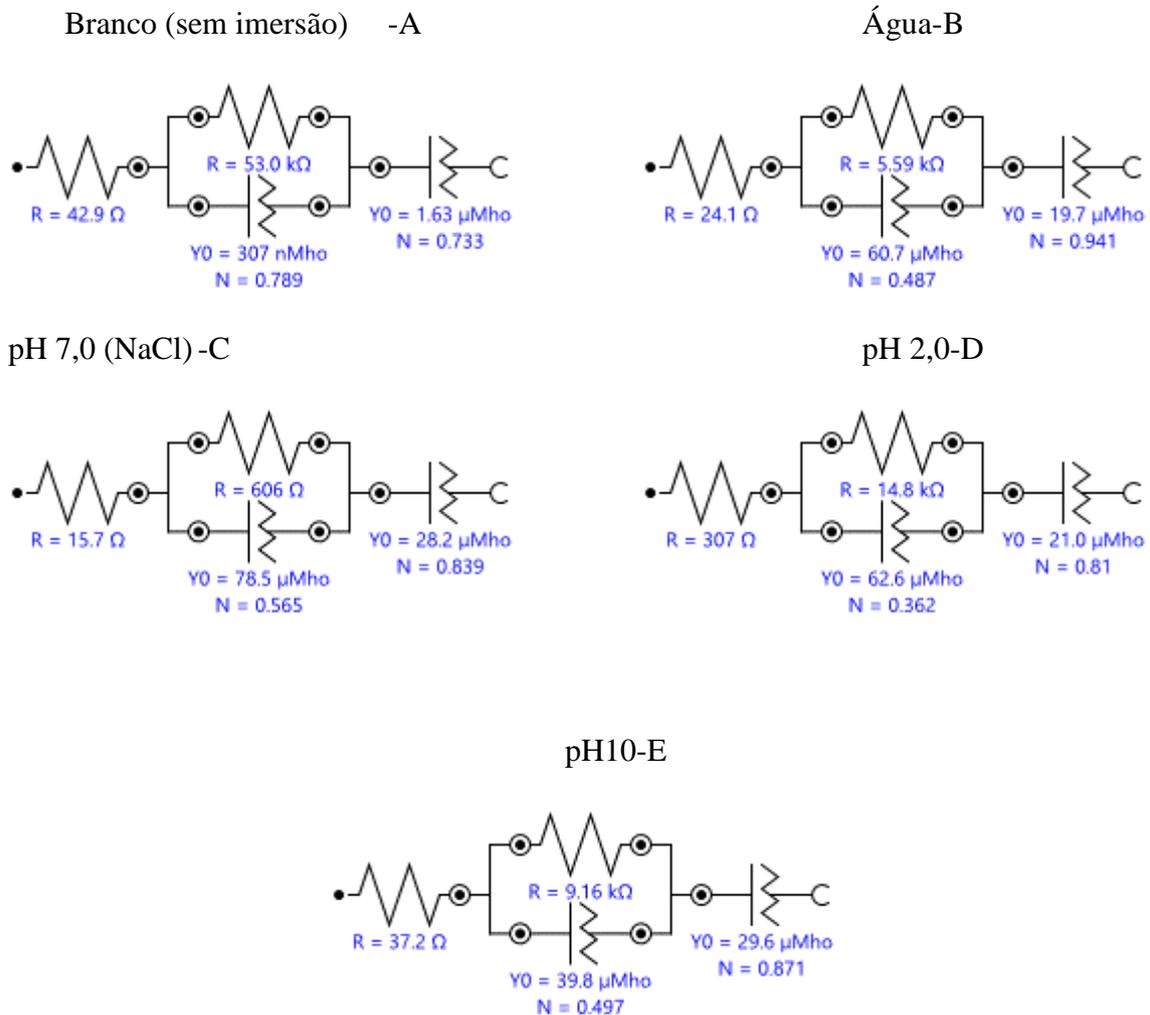
**Tabela 2** - Valores de R1, R2, CPE<sub>1</sub> e CPE<sub>2</sub> dos experimentos de Impedância eletroquímica da resina em diferentes meios.

	R <sub>1</sub> (Ohm)	R <sub>2</sub> (Ohm)	CPE <sub>1</sub>		CPE <sub>2</sub>	
			Y <sub>0</sub> (F)	N	Y <sub>0</sub> (F)	N
Branco	42,9	53,0x10 <sup>3</sup>	3,07x10 <sup>-9</sup>	0,789	3,07x10 <sup>-9</sup>	0,733
Água	24,1	5,59x10 <sup>3</sup>	60,7x10 <sup>-6</sup>	0,487	19,7x10 <sup>-6</sup>	0,9441
NaCl	15,7	606	78,5x10 <sup>-6</sup>	0,565	28,2x10 <sup>-6</sup>	0,839
pH 2	307	14,8 x10 <sup>3</sup>	62,6x10 <sup>-6</sup>	0,362	21,0x10 <sup>-6</sup>	0,81
pH10	37,2	9,16 x10 <sup>3</sup>	39,8 x10 <sup>-6</sup>	0,497	29,6x10 <sup>-6</sup>	0,871

Fonte: AUTORA, 2018.

Abaixo estão demonstrados os circuitos modelados para cada eletrodo (Figura 13):

**Figura 15** - Modelos de circuitos modelados para resinas sem imersão e imersas nos quatro diferentes meios.

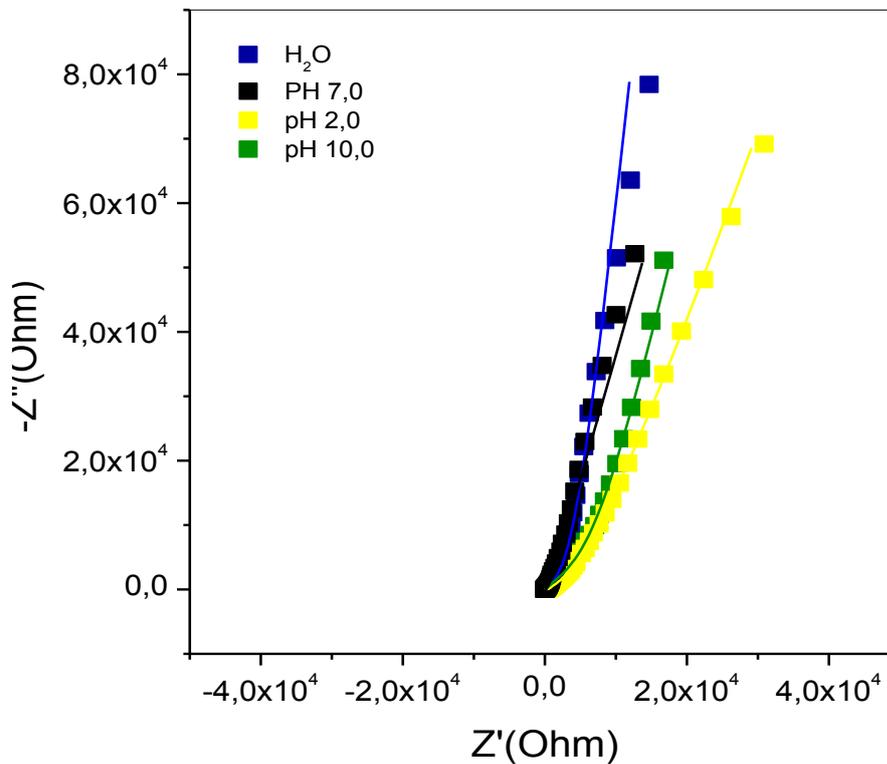


Fonte: AUTORA, 2018.

Os diagramas de Nyquist obtidos pelos ensaios de impedância eletroquímica foi utilizado o circuito equivalente representado na Figura 14. O Diagrama de Nyquist mostrando os espectros de impedância para amostras expostas à água, NaCl, meio ácido (pH 2,0) e Meio alcalino (pH 10,0) estão representados na figura 8. Após os 10 dias de imersão, o diagrama de Nyquist definiu-se como uma reta demonstrando um processo de difusão para todas as resinas em todos os meios, entretanto essa difusão foi bem mais evidente em pH 10,0. Esse comportamento demonstra um aumento de porosidade na resina por conta de interação com o meio em que estava submerso corroborando com as demais análises e resultados aqui

apresentados e discutidos promovendo uma maior difusão do eletrólito suporte até o metal (eletrodo).

**Figura 16** - Diagrama de Nyquist em eletrólito das resinas após imersão nos diferentes meios utilizando os seguintes parâmetros: amplitude 10 mV, nanfaixa de frequência de 300 MHz a 10 mHz, a  $25 \pm 1^\circ\text{C}$ .

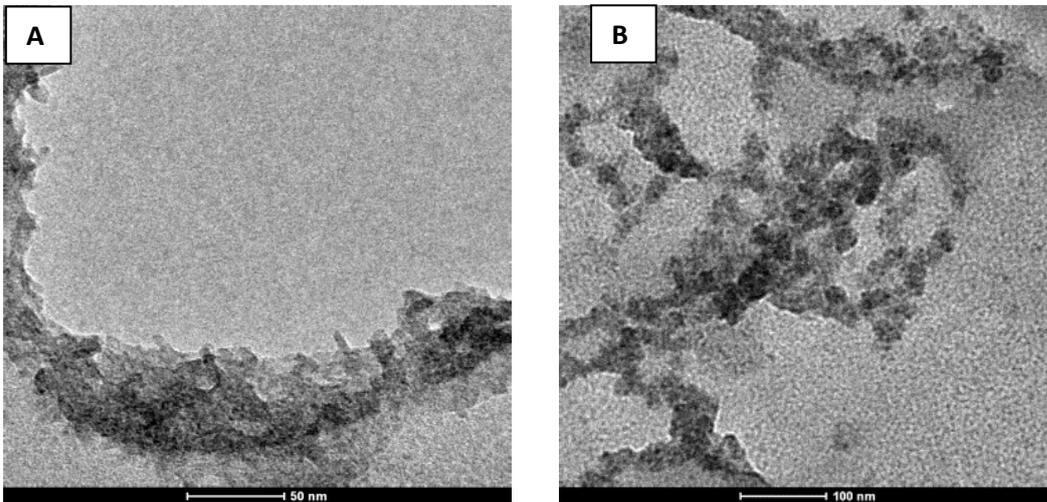


Fonte: AUTORA, 2018.

### 5.3 Microscopia de Transmissão Eletrônica (MET)

As imagens capturadas em MET (Figuras 15 A, B) sobre as soluções após imersão das resinas em diferentes meios fixados nas membranas (grids) de suporte, revelaram aglomerados de partículas enegrecidas, típicas de nanopartículas adjuvantes de polímeros resinosos, especificamente, os odontológicos usados em ortodontia. Sabe-se que a resina comercial contém quantidades de nanosílica incorporada. Fato que corrobora com as demais análises aqui apresentadas de que o material investigado como base presente em outras resinas odontológicas comerciais de mesma base monomérica podem liberar produtos da composição da resina.

**Figura 17** - Imagens de MET das soluções aquosas de diferentes meios resultantes da imersão da resina FGM em (A) pH 7,0; (B) pH 10,0.



**Fonte:** AUTORA, 2018.

#### 5.4 Capítulo 2: Conteúdo a ser adequado a um próximo artigo.

**Título:** Caracterização de resina Ortodôntica com adição de diferentes extratos de Própolis (amarela, verde e vermelha)

O presente trabalho tem como objetivo incrementar e agregar valor a um produto comercial de ampla aceitação, a Resina Orthocem® utilizada na prática da ortodontia, conferindo-lhe ação bacteriostática através do princípio ativo da própolis a fim de minimizar os efeitos cariogênicos e as gengivites que surgem no transcorrer dos tratamentos ortodônticos. Foram testados três diferentes extratos de própolis: extrato de própolis amarela, verde e vermelha. O incremento da própolis, liofilizada e pulverizada fôra adicionada em frações de 1%, 2%, 5% a 120mg dessa resina, mixada em misturador eletrônico, posteriormente testada sua adesividade ao tecido dentário.

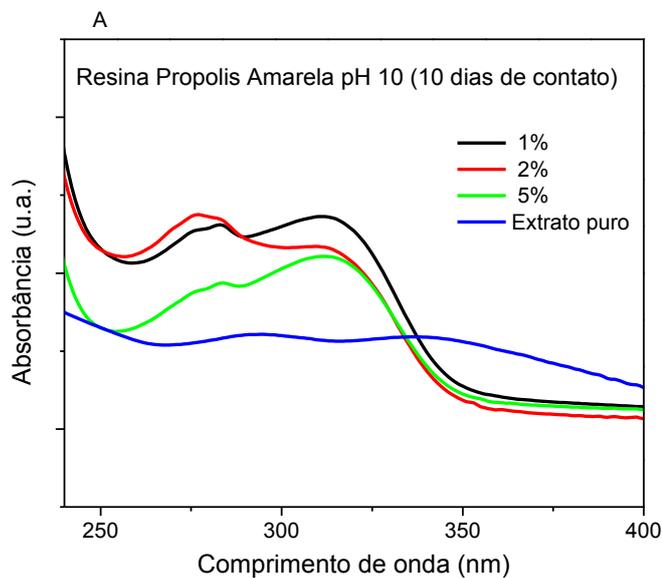
A Figura 15 apresenta o fluxograma da execução da proposta de adição das própolis amarela, verde ou vermelha à Resina Ortodôntica Orthocem® da FGM.

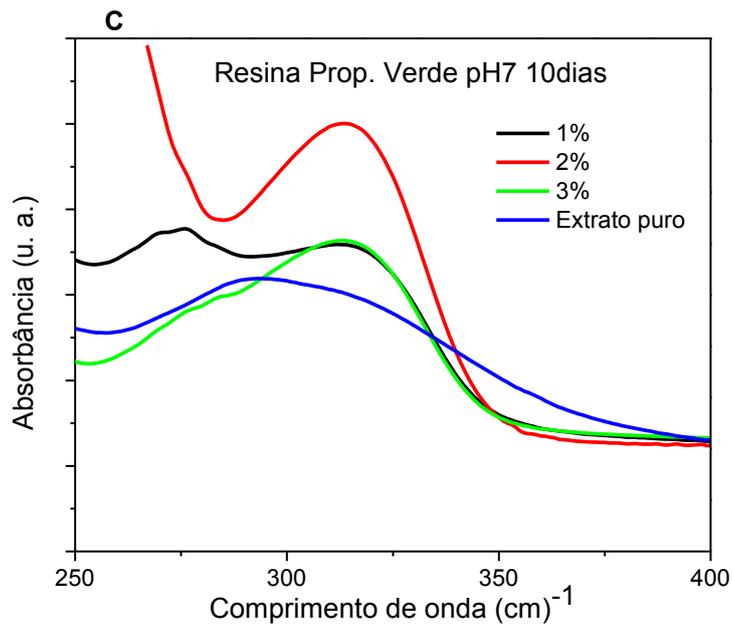
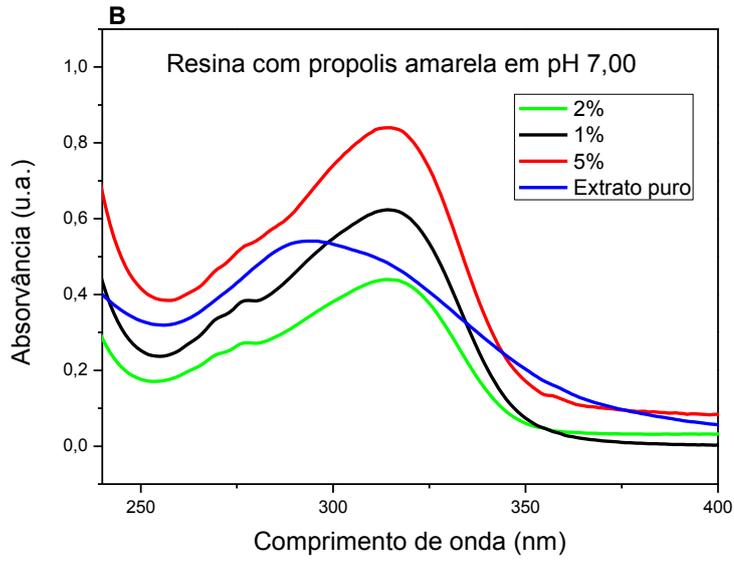
##### 5.4.1 Análises no UV-VIS

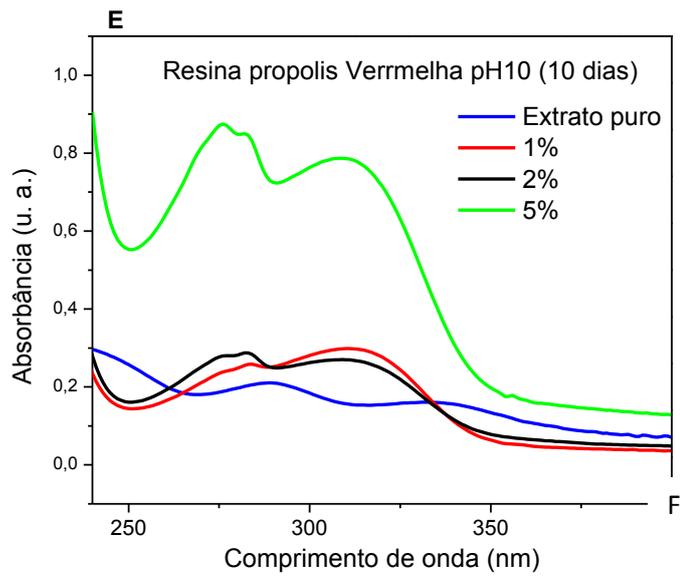
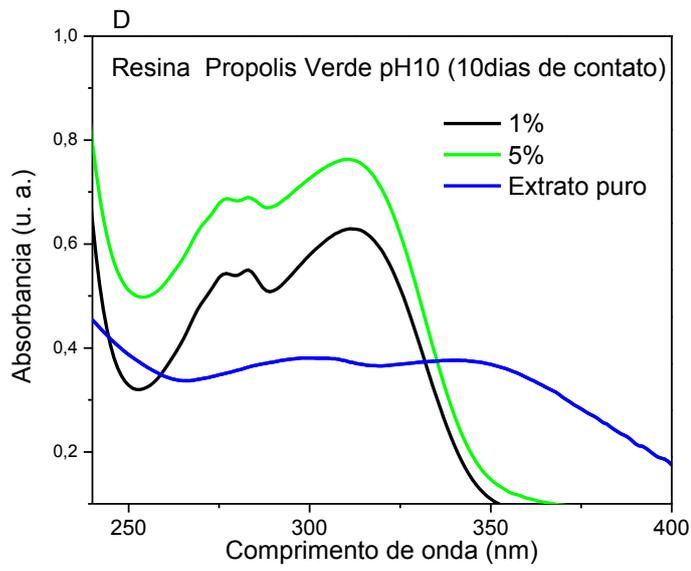
As análises espectroscópicas no UV-VIS teve o objetivo de analisar o comportamento das resinas tanto na ausência quanto na presença da propólis imersas em dois diferentes meios (NaCl, pH 7,0 e pH 10) em função do tempo. De acordo com as Figuras 16 (A, B) em que apresentam o comportamento da Resina Orthocem® sem adição de própolis, em ambos os

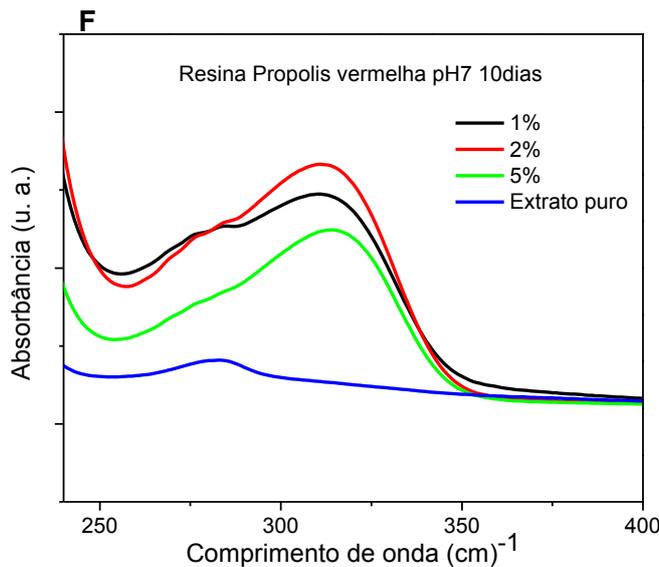
meios os espectros de absorção tiveram o mesmo comportamento demonstrando a presença de duas bandas de absorção de baixa intensidade entre os comprimentos de onda de 250 a 350 nm. A intensidade das bandas aumenta em função do tempo de imersão até o décimo dia de contato. Essas bandas provavelmente estão associadas à liberação de monômeros constituintes da resina Orthocen antes do processo de polimerização ou até mesmo nanopartículas de sílica. Essas bandas são menos intensas, ou seja, a liberação é menor, quando o processo de polimerização é mais eficiente. Resultado semelhante é observado na Resina incrementada com as três própolis (amarela, verde e vermelha) submetida ao mergulho em solução de pH10 e pH7 (Figuras 16: A, B, C, D, E e F), mesmo após 30 dias. Isso demonstra que a propólis teve uma boa incorporação na resina e conseqüentemente uma boa estabilidade. O gráfico C apresenta apenas dois registros de leitura, em vista de não ter sido possível o aproveitamento da terceira amostra.

**Figura 18** - Espectros A, B, C, D, E, F; representam a análise em UV-VIS das soluções de 0,5ml de líquido com pH 7,0 e pH 10,0 após imersão de resina incrementada com própolis amarela, verde e vermelha após 10 dias.









**Fonte:** AUTORA, 2018.

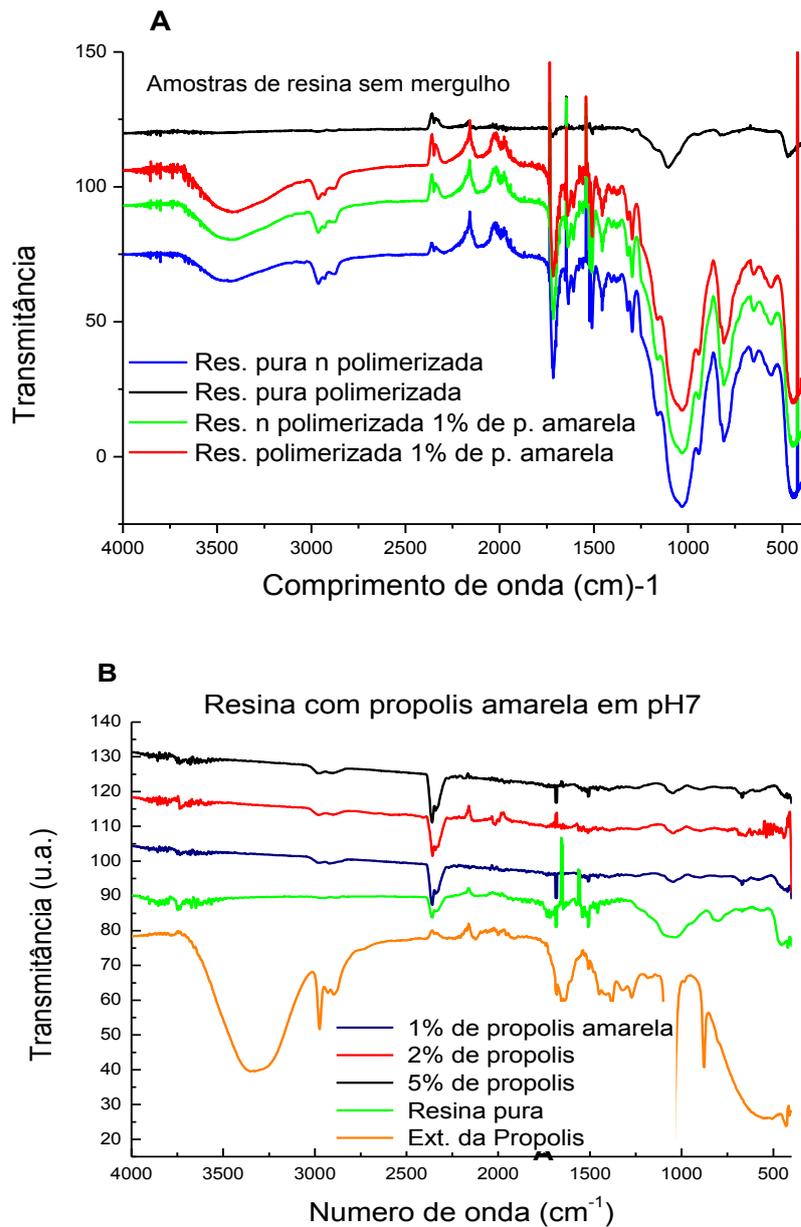
#### 5.4.2 Experimentos de FTIR

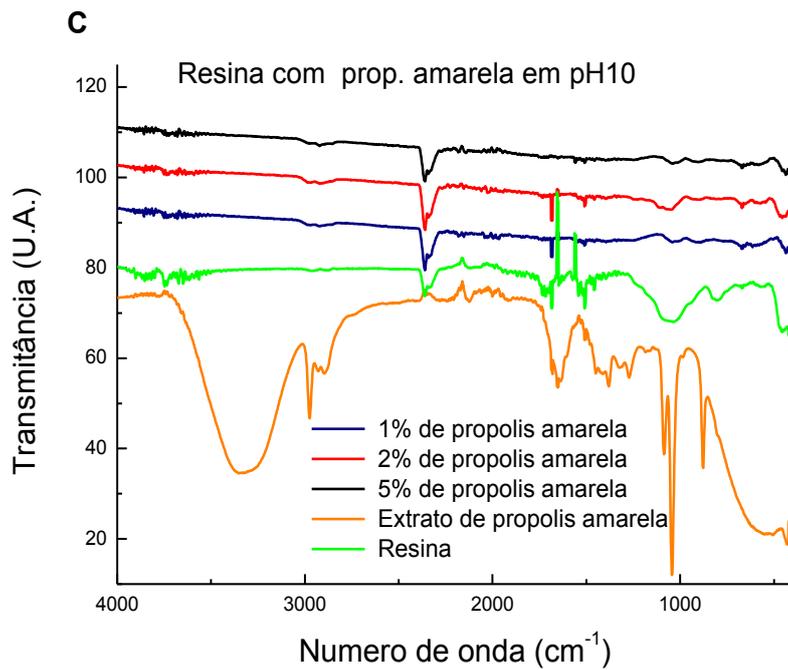
A comprovação da incorporação da propólis amarela, verde ou vermelha na resina é compatível com os experimentos de FTIR.

As Figuras 17: A, B e C apresentam os espectros que representam a resina Orthocem® associada à propólis amarela antes e após o processo de polimerização, e após os 30 dias de mergulho em pH10 e NaCl. Os espectros são bem comparados entre si. Como já descrito nessa patente, a propólis é um agente antimicrobiano natural bem estabelecido, o qual contém compostos fenólicos e flavonoides, cujos teores variam conforme a sua origem. O espectro de FTIR do extrato de propólis (Figuras 17 B e C) apresenta bandas características desses compostos. Observa-se bandas entre  $3550\text{ cm}^{-1}$  e  $3300\text{ cm}^{-1}$  relacionadas a grupos hidroxilas. Bandas a  $3480\text{ cm}^{-1}$  relacionada ao estiramento da vibração de grupos hidroxila e uma banda a  $3430\text{ cm}^{-1}$  relacionada ao OH de compostos fenólicos. Bandas a  $2924\text{ cm}^{-1}$  e a  $2883\text{ cm}^{-1}$  poderiam ser atribuídas ao etanol. Uma banda foi encontrada em  $1640\text{ cm}^{-1}$  e pode ser devida ao alongamento dos grupos  $\text{C} = \text{C}$ , devido às deformações do anel aromático, devido aos flavonóides e aminoácidos e vibração de estiramento da ligação  $\text{C} = \text{O}$ . A faixa a  $1457\text{ cm}^{-1}$  poderia estar relacionada a  $\text{CH}_3$ ,  $\text{CH}_2$ , flavonóides e anéis aromáticos, onde as vibrações seriam de  $\text{C} - \text{H}$  de aromáticos. A banda a  $1252\text{ cm}^{-1}$  seria devido à vibração do grupo  $\text{C}-\text{O}$  de polióis, como hidroxiflavonóides. Uma banda a  $1086\text{ cm}^{-1}$  estaria relacionada a álcoois secundários e/ou ao grupo éster de estiramento  $\text{C}-\text{O}$ . Essas bandas já foram bem

caracterizadas na literatura para extratos de propólis. Embora discretas, essas bandas são também encontradas na resina mesmo após o processo de polimerização indicando a incorporação da propólis (Figuras 17: A, B e C). As bandas da resina praticamente desaparecem após o processo de polimerização.

**Figura 19** - Espectros de FTIR das resinas incrementadas com própolis amarela, ou verde ou vermelha sem e após imersão em soluções de pH 7,00 e pH 10,0.

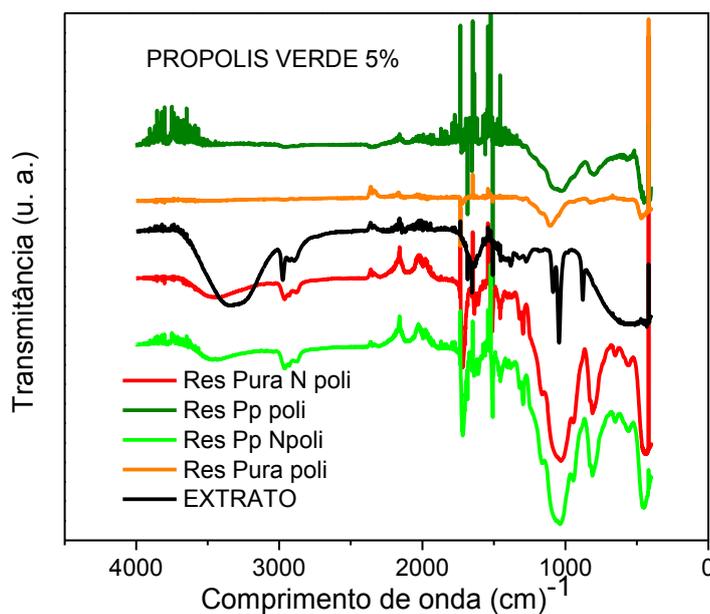


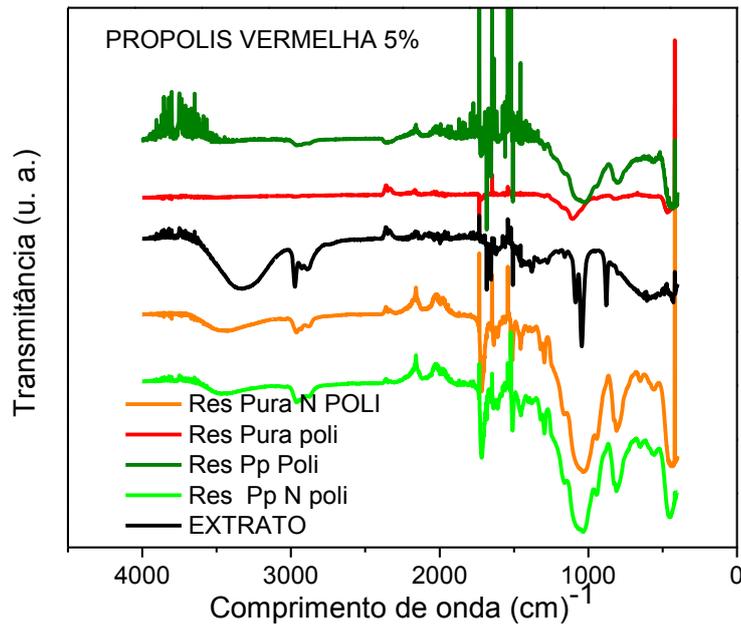


Fonte: AUTORA, 2018

Observações semelhantes foram obtidas a partir dos experimentos de FTIR com as resinas incrementadas com própolis verde e vermelha (Figura 18).

**Figura 20** - Espectros de FTIR, onde as amostras de resina foram incrementadas com Própolis verde ou vermelha.



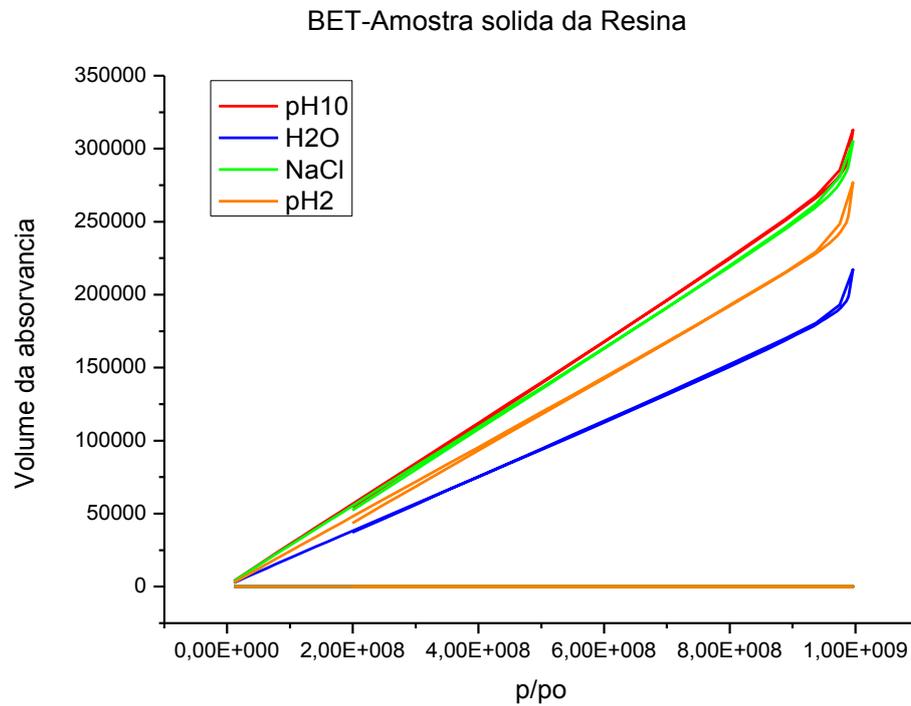


**Fonte:** AUTORA, 2018.

#### 5.4.3 Análise de BET

A análise de BET demonstra que houve uma diminuição considerável do tamanho dos poros do polímero que em relação à amostra sem adição de própolis. Isso aponta para o preenchimento de espaços ocupados pela própolis. O gráfico da isoterma (Figura 19) de adsorção da própolis amarela em resina odontológica ortodôntica para colagem de bráquetes ortodônticos, trata-se de uma isoterma do tipo II. São reversíveis, mas, ao contrário do Tipo IV, são irreversíveis e características de materiais mesoporosos. Nesse caso, ainda há condensação capilar do gás adsorvido, o que mostra o início da curva (NEIMARK, 2008).

**Figura 21** - Gráfico da adsorção da resina incrementada com própolis amarela após imersão nos diferentes meios pH 10,0, H<sub>2</sub>O, pH 7,0 (NaCl) e pH 2,0



**Fonte:** AUTORA, 2018

A Tabela 03 apresenta a demonstração dos valores correspondentes a análise de BET para determinação da área e volume dos poros. Os valores de área e volume são decrescentes, conforme aumenta a concentração da própolis nas resinas imersas em pH7,0 e pH10,0. Ainda assim, o valor da área da amostra com concentração de própolis a 2% (46.1862 m<sup>2</sup>/g) imerso em pH7 apresenta-se maior que o valor da área na amostra de resina sem aditivo (51.4153 m<sup>2</sup>/g) .

**Tabela 3** - Dados das áreas e volumes dos poros a partir dos experimentos de BET com a própolis amarela.

BET RESINA COM PRÓPOLIS EM SOLUÇÃO COM pH10 e pH7

solução pH 7	Própolis Amarela1%	Própolis Amarela2%	Própolis Amarela5%	Resina sem própolis
Área (m2/g)	51.8096	46.1862	37.9688	41,5143
Volume (cm3/g)	-0.018929	-0.017082	0.014025	0,015278
solução pH10	Am1%	Am2%	Am5%	Resina sem própolis
Área (m2/g)	51.0018	40.3796	26.9551	47,6207
Vol. (cm3/g)	-0.018560	-0.015216	-0.009552	0,018400

Fonte: AUTORA, 2018.

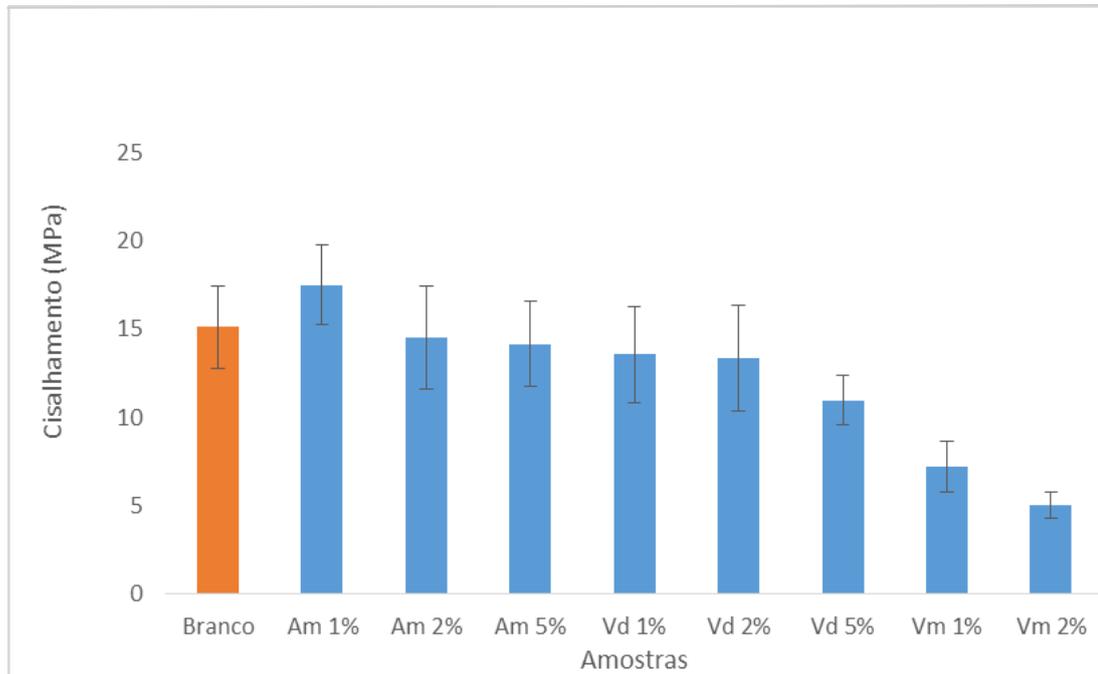
Resultados semelhantes foram observados com as resinas incrementadas com própolis verde ou vermelha.

#### 5.4.4 Teste mecânico de Cisalhamento

A Tabela 04 abaixo apresenta os resultados do teste de cisalhamento realizados em 90 dentes bovinos, sendo n=10, receberam braquetes Moreli®-Roth, aderidos com Resina ortodôntica Orthocem® adicionadas às proporções da própolis (amarela, verde e vermelha) em 1%, 2% e 5%, aderidos com Resina ortodôntica Orthocem® adicionadas às proporções da própolis totalizando três misturas homogêneas de cada tipo de própolis, em 119, 117 e 114 mg; para confecção dos corpos de prova. Estatisticamente, se obteve médias por análise de variância, ANOVA, que comprova que, em relação à amostra da Resina Orthocem®, sem adição de bioproduto, não houve significância em relação à média onde  $p < 0,05$ .

A figura 20 apresenta os valores em Mpa para cada grupo de amostra em número de dez exemplares nesse ensaio. Onde os valores em Mpa decrescem a partir da própolis amarela (17,5), verde (13,57) e vermelha (7,20) na primeira proposta de concentração em relação ao valor de Mpa da resina sem aditivo (15,1), sendo a própolis vermelha a de menor valor de tensão, ou seja, a que obteve índice de maior comprometimento da adesividade da resina com braquete ao dente.

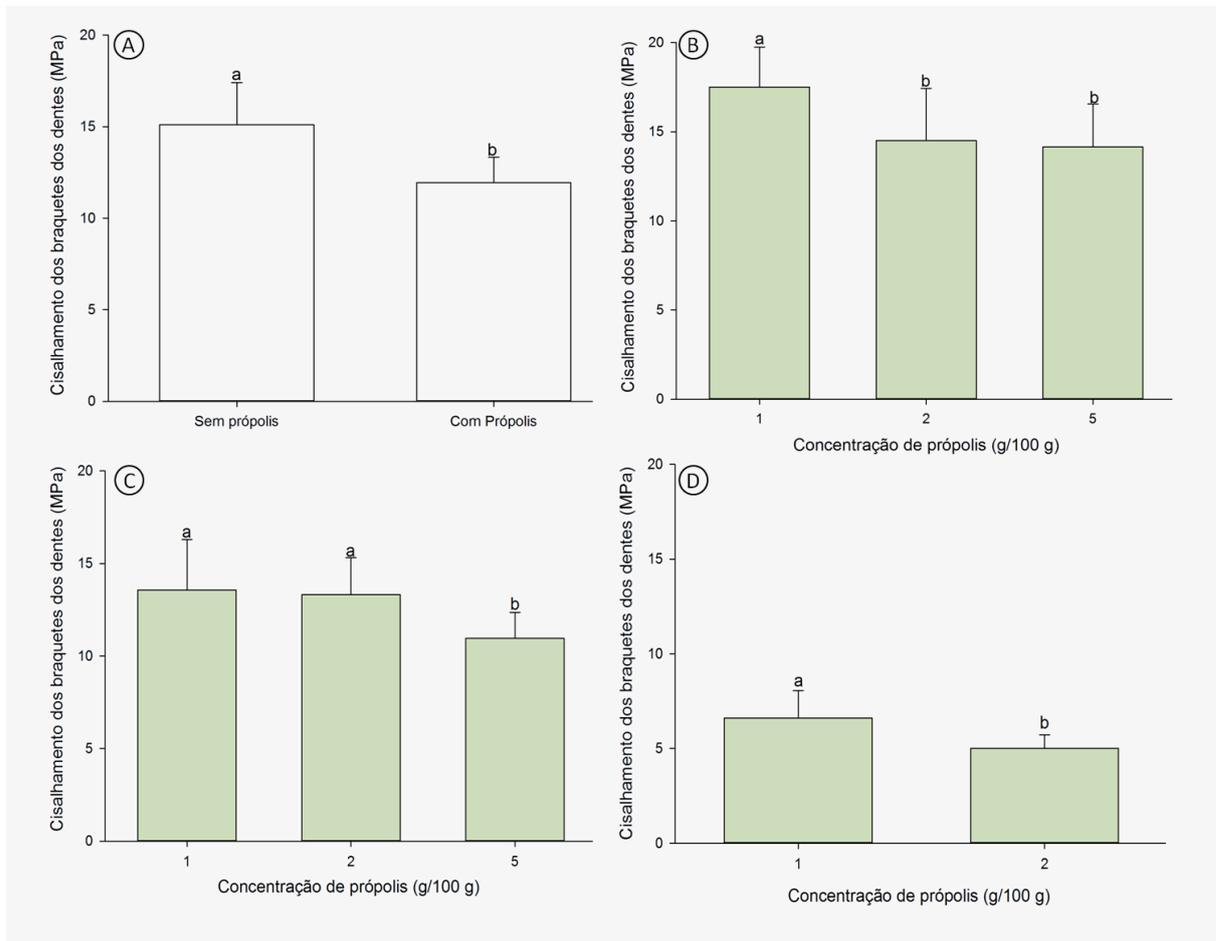
**Figura 22** - Gráfico dos resultados do Ensaio de Cisalhamento em Mpa, por espécie de própolis Am (Amarela), Vd (Verde); Vm (vermelha).



**Fonte:** AUTORA, 2018.

Trata da análise estatística através do teste ANOVA, dos dados obtidos no ensaio de Cisalhamento, onde, se pode constatar que em relação à amostra sem adição, as amostras de resina com a própolis amarela não comprometeu as características de adesividade do produto comercial, não havendo significância no resultado. Ou seja, a homogeneização da própolis amarela e verde até 2% à resina Othocem® não promoveu redução das propriedades de adesividade desta Resina. Para a resina incrementada com a própolis verde também não promoveu redução da adesividade. Já os resultados obtidos com a resina incrementada com a própolis vermelha ocorreu uma diminuição da adesividade indicando que esse incremento compromete as propriedades da resina (Figura 21).

**Figura 23** - Índices de força de cisalhamento aplicada sobre a colagem de braquetes em dentes incisivos bovinos.



**Fonte:** AUTORA, 2018.

Sobre os índices encontrados, pode-se dizer que a resina enriquecida com própolis amarela e verde até o percentual de 2% de própolis possuem valores não significantes para a adesividade, a partir dos 5% de própolis verde e os demais percentuais de própolis, principalmente a vermelha, comprometem essa característica essencial do material (resina Orthocem), não oferecendo adesividade nesta concentração, explicando o fato dos 5%, não aparecerem nos gráficos e tabelas. Os gráficos da figura acima revelam, estatisticamente, que não houve interações significativas entre a presença e ausência e entre as concentrações de própolis ( $p < 0,05$ ). Dessa forma, as análises estatísticas foram realizadas separadamente e para cada fator.

## 6 CONCLUSÕES GERAIS

Os resultados aqui demonstrados através das análises as quais esse material de proposta (resina adesiva enriquecida com própolis) foi submetido, apontam para uma excelente condição de síntese de um adesivo com capacidade de ação sobre a microbiota oral em desequilíbrio nas diferentes condições de pH ocorridas na cavidade oral e que promovem a multiplicação desses agentes patogênicos.

As análises UV-VIS das amostras da Resina comercial Orthocem da FGM revelam que, em até 30 dias, houve liberação de subprodutos pós-polimerização que se apresentaram livres nos fluidos, H<sub>2</sub>O, pH 2, pH 7, pH 10, demonstrando que, apesar das melhorias incorporadas ao longo dos anos de evolução desses materiais, ainda se constata problemas na estabilidade do produto após a fotopolimerização. A maior liberação ocorre em meios com pH 7 e pH10.

Outras conclusões foram observadas após análises de FTIR, BET, MET e Impedância eletroquímica:

- A polimerização é fator imprescindível para a durabilidade e resistência das resinas;
- As relações estabelecidas por meio dos grupos carbonílicos e suas interações parecem comprometer a retenção de componentes agregados com finalidades distintas de, por exemplo, a de tornar o material mais resistente, mais estético, mais hidrofílico, mais aderente conforme os resultados do UV-Visível, corroborando com a literatura.

As análises demonstraram que exposição ao meio e suas alterações de pH em que a resina dental fica exposta se conclui ser crítico o fato, por exemplo, de haver maior liberação dos subprodutos quando o meio se encontra em pH10 e em pH7, na prática o produto mais próximo de um pH10 seria os dentífricos e colutórios, momento indispensável em si tratando da higienização oral, quando se pretende que haja diminuição da ação dos micro-organismo causadores das doenças bucais corriqueiras.

Destaca-se aqui a importância de haver produtos de higiene bucal capazes apenas de trazer benefícios, no sentido de que não apenas os adesivos ortodônticos são suscetíveis a ação desses pH7 e pH10, mas também as demais resinas restauradoras.

O incrementar das própolis a esta resina, trás a grande justificativa de que este seria um material passivo de produzir os efeitos desejados enquanto da permanência deste na boca período que varia entre dois a quatro anos.

A adição das própolis e sua caracterização comprovou haver uma boa homogenização entre as moléculas dos produtos sintéticos e outro um biomaterial bastante explorado e comprovadamente eficaz contra os micro-organismos patogênicos.

As análises de FF-TIR e BET demonstraram essa interação molecular quando da presença ou ausência do material incorporado.

A porosidade da superfície da sílica destacada no trabalho de Ruilli (*et al*,2017) e nas análises de BET apontam para uma condição de maior interação das superfícies das diferentes moléculas em interação, melhorando propriedades mecânicas como também pode explicar a boa homogeneização entre a resina Orthocem e as própolis amarela e verde na previsibilidade dessa nanosílica presente na composição ser um receptáculo das moléculas de própolis, mostrando-se presente nas composições constatadas nas análises de UV-VIS, pois nesta manteve-se o mesmo perfil de liberação de partículas no meio líquido e em FF-TIR a presença das moléculas da própolis após a polimerização e após os 30 dias de submersão nas soluções propostas.

As três própolis aqui utilizadas, em concentrações de 1%, 2% e 5%, apresentaram não comprometimento da adesividade para a mistura de própolis amarela nas três concentrações; a mistura com a própolis verde em até 2%; não recomendando-se as concentrações com a própolis vermelha – Tensão por Mpa, em relação ao parâmetro de teste da resina sem aditivo.

## REFERÊNCIAS

- ADAMO, H. L. *et al.* A comparison of MTA, Super-EBA, composite and amalgam as root-end filling materials using a bacterial microleakage model. **International endodontic journal**, Oxford, v. 3, n. 32, p. 197-203, 1999. Disponível em: <<https://doi.org/ez9.periodicos.capes.gov.br/10.1046/j.1365-2591.1999.00214.x>> Acesso em: 26 mar. 2018
- AGA, H. *et al.* Isolation and identification of antimicrobial compounds in Brazilian propolis. **Bioscience, biotechnology and biochemistry**, Tokyo, v. 58, n. 5, 945–946, 1994. Disponível em: <<https://www.tandfonline.com/doi/pdf/10.1271/bbb.58.945>> Acesso em: 21 mar. 2018
- ALANIA, Y. *et al.* Bioactive composites containing TEGDMA-functionalized calcium phosphate particles: degree of conversion, fracture strength and ion release evaluation. **Dental materials**, Kidlington, Inglaterra, v. 32, n. 12, p. e374–e381, 2016. Disponível em: <DOI:<https://doi.org/10.1016/j.dental.2016.09.021>> Acesso em: 13 mar. 2018
- ALENCAR, S. M. *et al.* Chemical composition and biological activity of a new type of Brazilian propolis: red propolis. **Journal of ethnopharmacology**, Lausanne, Suíça, v. 113, n. 2-5, p. 278-283, 2007. Disponível em: <<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S037887410700284X?via%3Dihub>> Acesso em: 12 mar. 2018
- ALTMANN, A. S. P. *et al.* The effect of antimicrobial agents on bond strength of orthodontic adhesives: a meta-analysis of in vitro studies. **Orthodontic & craniofacial research**, Nova Jersey, v. 19, p. 1–9, 2016.
- AMEIJEIRA, P. *et al.* Periodontal disease as a potential factor of migraine chronification; **Medical hypotheses**, v. 102, p. 94–98, 2017. Disponível em: <DOI:10.1016/j.mehy.2017.03.019> Acesso em: 10 maio 2018
- ANDRADE JUNIOR, A. C. C.; ANDRADE, M. R. T. C.; MACHADO, W. A. S.; FISCHER, R. G. Estudo *in vitro* da abrasividade de dentifrícios. **Revista de odontologia da Universidade de São Paulo**, São Paulo, v. 12 n. 3, p. 231-236, jul./set. 1998.
- ANTONY, John W.; BIDEAUX, Richard A.; BLADH, Kenneth W.; NICHOLS, Monte C. (Eds.). **Handbook of mineralogy**. Mineralogical Society of America, Chantilly, VA 20151-1110, USA. Disponível em: <<http://www.handbookofmineralogy.org/>> Acesso em: 17 abr. 2018
- A PRÓPOLIS e suas propriedades biológicas: uma revisão bibliográfica. PROPOVETS. Disponível em: <<https://www.propovets.com.br/propolis-e-suas-propriedades-biologicas/>> Acesso em: 04 abr. 2018.
- ARDILA, C. M.; ALZATE, J.; GUZMÁN, IC. Relationship between gram negative enteric rods, aggregatibacter actinomycetemcomitans, and clinical parameters in periodontal disease. **Journal of indian society of periodontology**, Mumbai, v. 16, n. 1, p. 65-69, 2012. Disponível em: <<https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pmc/articles/PMC3357038/>> Acesso em: 23 abr. 2018

BASCONES-MARTÍNEZ, Antonio; CORCUERA, Marta Muñoz; ILUNDAIN, Jaime Bascones. Infecciones orales y endocarditis infecciosa. Relationship between odontogenic infections and infective endocarditis. **Medicina Clínica**, Barcelona, v. 138, n. 7, 24 Mar 2012. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.medcli.2011.03.029>> Acesso em: 04 jun. 2018

BASTOS, E. M. A. F. Indicadores de la calidad y del origen botánico del propóleo producido por abejas *Apis mellifera* en áreas del cerrado del Estado de Minas Gerais. In: CONGRESSO IBERO-AMERICANO DE APICULTURA, 6., 1988, Mérida, México. *Anais..* Mérida, México, 1988.

BASTOS, E. M. A. F. **Origem botânica e indicadores de qualidade da própolis verde**. 137 f. 2001. Tese (Doutorado) – Universidade de São Paulo, Ribeirão Preto, 2001.

BISPO, L. B. Resina composta nanoparticulada: há superioridade no seu emprego? **Revista dentística online**, v. 9, n. 19, p. 21-24, 2010. Disponível em: <<http://coral.ufsm.br/dentisticaonline/0904.pdf>> Acesso em: 22 jun. 2018

BUENO-SILVA, B. *et al* Effect of neovestitol, Äivestitol containing brazilian red propolis on accumulation of biofilm in vitro and development of dental caries in vivo. **Biofouling**, Chur, Suíça, v. 29, n. 10, p. 1233-1242, 2013. Disponível em: <<https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/24099330>> Acesso em: 18 abr 2017

BUONOCORE, M. G.; MATSUI, A.; GWINNETT, A. J. Penetration of resin dental materials into enamel surfaces with reference to bonding. **Archives of oral biology**, Elmsford, NY, US, v. 13, n. 1, p. 61–70, jan. 1968. Disponível em: <<https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/5237555>> Acesso em: 15 jul. 2018

BURUIANA, T. *et al*. Synthesis, evaluation and preliminary antibacterial testing of hybrid composites based on urethane oligodimethacrylates and Ag nanoparticles. **Journal of biomaterials science**, v. 23, n. 7, p. 955-972, 2012. Disponível em: <DOI:10.1163/092050611X566801> Acesso em: 16 ago. 2018

BUTNARIU, M. V.; GIUCHICI, C. V. The use of some nanoemulsions based on aqueous propolis and lycopene extract in the skin's protective mechanisms against UVA radiation. **Journal of nanobiotechnology**, London, v. 9, n. 3, 2011. <<https://jnanobiotechnology.biomedcentral.com/articles/10.1186/1477-3155-9-3>> Acesso em: 16 ago. 2018

CAMPOS, L. M. de P. *et al*. Polymerization shrinkage evaluation in experimental dental composite filled with montmorillonite nanoparticles. **Journal of thermal analysis and calorimetry**, Dordrecht, Holanda, May 2017. Disponível em: <DOI: 10.1007/s10973-017-6419-9> Acesso em: 15 ago. 2018

CARVALHO, Thais Piccolo *et al*. Desenvolvimento de lesões de cárie em dentina em um modelo de biofilme simplificado *in vitro*: um estudo piloto. **Revista de odontologia da UNESP**, Araçatuba, v. 47, n. 1, jan./fev., p. 40-44, 2018. Disponível em: <DOI:<http://dx.doi.org/10.1590/1807-2577.06017>> Acesso em: 23 mar. 2018

CHAPMAN, J. A. *et al*. Risk factors for incidence and severity of white spot lesions during treatment with fixed orthodontic appliances. **American journal of orthodontics and**

**dentofacial orthopedics**, Sant Louis, Mo, US, v. 138, n. 2, p. 188-94, 2010. Disponível em: <<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0889540610003483>> Acesso em: 15 mar. 2018

CHENG, P. C; WONG, G. Honey bee propolis: Prospects in medicine. **Bee world**, Bucks, Inglaterra, v. 77, p. 8-15, 1996. Disponível em: <<https://www.tandfonline.com/doi/abs/10.1080/0005772X.1996.11099278>> Acesso em: 20 jan. 2018

COOK, W. D. Factors affecting the depth of cure of UV-polymerized composites. **Journal of dental research**, Thousand Oaks, California, US, v. 59, n. 5, p. 800-808, 1980. Disponível em: <<https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/6928870>> Acesso em: 20 jan. 2018

COSTENARO, R. *et al.* Uma análise das determinações de área superficial de nitrogênio sobre sílicas e modelagem da interação entre estes compostos. **Revista de ciências farmacêuticas básica e aplicada**, Campinas, v. 28, n.1, p.93-97, 2007.

CUESTA-RUBIO, O. *et al.* Chemical characterization of cuban propolis by HPLC-PDA, HPLCMS, and NMR: the *brown*, *red*, and *yellow* cuban varieties of propolis. **Journal of agricultural and food chemistry**, Easton, Pa., US, v. 55, n. 18, p. 7502-7509, 2007. Disponível em: <DOI:10.1021/jf071296w> Acesso em: 02 fev. 2018

CUSHNIE, T. P. T; LAMB, A. J. Antimicrobial activity of flavonoids. **International journal of antimicrobial agents**, v. 26, n. 5, p. 343-56, nov. 2005. Disponível em: <<https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/16323269>> Acesso em: 05 fev. 2018

DANIEL, S. C. S. **Avaliação do grau de conversão de uma resina composta fotoativada por lâmpada halógena de LEDs, por meio de espectrometria de infravermelho e ultravioleta**. 2006. 124 f. Dissertação (Mestrado em Clínica Integrada, Dentística Restauradora e Periodontia) - Universidade Estadual de Ponta Grossa. P. Grossa, 2006. Disponível em: <<http://tede2.uepg.br/jspui/handle/prefix/1797>> Acesso em: 10 ago. 2018

DAVIDSON, C. L.; GEE, A. G. Relaxation of polymerization stresses by flow in dental composites. **Journal of dental research**, Thousand Oaks, Calif., US, v.63, n.2, p.146-148, 1984.

DESWAL, H. *et al.* Healing effect of propolis in medicine and dentistry: a review. **Innovare journal of ayurvedic sciences**, v. 4, n. 1, p. 1-4, 2016. Disponível em: <<https://innovareacademics.in/journals/index.php/ijas/article/viewFile/10274/4555>> Acesso em: 20 jan. 2018

DOROZHKIN, S. V. Calcium orthophosphates in dentistry. **Journal of materials science, materials in medicine**, v. 24, n. 6, p. 1335-63, 2013. Disponível em: <<https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/23468163>> Acesso em: 13 abr. 2018

DUARTE, S. *et al.* Effect of green propolis addition to physical mechanical properties of glass ionomer cements. **Journal of applied oral science**, v.19, n. 2, 2011. Disponível em: <<https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pmc/articles/PMC4243746/3>> Acesso em: 06 ago. 2018

ELSHEREKSIA, N. W. *et al.* Studies on the effects of titanate and silane coupling agents on the performance of poly (methyl methacrylate)/barium titanate denture base nanocomposites.

**Journal of dentistry**, v. 56, p. 121–132, 2017. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.jdent.2016.11.012>> Acesso em: 16 mar. 2018

FARIA, N. A.; OLIVEIRA, D. C.; WESTH, H. Epidemiology of emerging methicillin-resistant staphylococcus aureus (MRSA) in Denmark: a nationwide study in a country with low prevalence of MRSA infection. **Journal of clinical microbiology**, v. 4, p.1836-42, 2005. Disponível em: <<https://jcm.asm.org/content/43/4/1836>> Acesso em: 17 mar. 2018

FENGA, Quan-You *et al.* A Robust and Soluble Nanopolymer Based on Molecular Grid-Based Nanomono-mer. **Chinese journal of polymer science**, v. 35, n. 1, p. 87-97, jan. 2017. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1007/s10118-016-1856-7>> Acesso em: 15 abr. 2018

FERRACANE, J. L. Hygroscopic and hydrolytic effects in dental polymer networks. **Dental materials**, Kidlington, Inglaterra, v. 22, n. 3, p. 211-222, 2006. Disponível em: <<https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/16087225>> Acesso em: 27 jul. 2018

FERREIRA, C. M. A transmissibilidade da doença cárie. **Revista brasileira em promoção da saúde**, Fortaleza, v. 14, n. 1, p. 51-54, 01 jan. 2012. Disponível em: <<http://periodicos.unifor.br/RBPS/article/view/1877>> Acesso em: 13 jan. 2018

FERRONATTO R. Atividade antimicrobiana de óleos essenciais produzidos por *Baccharis dracunculifolia* D. C. e *Baccharis uncinella* D. C. (Asteraceae). **Revista brasileira de farmacognosia**, João Pessoa, v. 17, n. 2, p.224-230, abr./jun. 2007. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1590/S0102-695X2007000200016>> Acesso em: 02 dez. 2017

FORATO, L. A.; BERNARDES FILHO, R.; COLNAGO, L. A. Estudo de métodos de aumento de resolução de espectros de FTIR para análise de estruturas secundárias de proteínas. **Química nova**, São Paulo, v. 21, n. 2, mar./abr. 1998. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1590/S0100-40421998000200008>> Acesso em: 11 nov. 2017

FREITAS, A. S.; BARTH, O. M.; LUZ, C. F. P. da. Própolis marrom da vertente atlântica do Estado do Rio de Janeiro, Brasil: uma avaliação palinológica. **Brazilian journal of botany**, Rio de Janeiro, v.33, n. 2, p. 343-354, 2010. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1590/S0100-84042010000200015>> Acesso em: 18 abr. 2017

GAI, S. *et al.* Uniform and size-tunable mesoporous silica with fibrous morphology for drug delivery. **Dalton transactions**, v. 41, p. 4511-4516, 2012. Disponível em: <DOI:10.1039/C2DT11552B> Acesso em: 11 nov. 2017

GANI, B. A. *et al.* The pH changes of artificial saliva after interaction with oral micropathogen. **Dental journal** (Maj. Ked. Gigi), v. 45, n. 4, p. 234–238, Dec. 2012. Disponível em: <DOI:10.20473/j.djmg.v45.i4.p234-238> Acesso em: 18 abr. 2018

GARCEZ, A. S.; SUZUKI, S. S. Biofilm retention by 3 methods of ligation on orthodontic brackets: a microbiologic and optical coherence tomography analysis. **American journal of orthodontics and dentofacial orthopedics**, v. 140, n. 4, p. 193-198, 2011. Disponível em: <<https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/22765511>> Acesso em: 20 mar. 2018

GARCIA, F. C. P. *et al.* Testes mecânicos para a avaliação laboratorial da união resina/dentina. **Revista da faculdade de odontologia de Bauru**, Bauru, v. 10, n. 3, p. 118-127, 2002.

GRENHO, L. *et al.* *In vitro* antimicrobial activity and biocompatibility of propolis containing nanohydroxyapatite. **Biomedical materials**, Bristol, Inglaterra, v. 10, n. 2, apr. 2015. Disponível em: <DOI:10.1088/1748-6041/10/2/025004> Acesso em: 19 jun. 2018

HAYACIBARA, M. F. *et al.* In vitro and in vivo effects of isolated fractions of brazilian propolis on caries development. **Journal of ethnopharmacology**, v. 101, n. 1-3, p. 110-115, 2005. Disponível em: <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/15913934> Acesso em: 07 ago. 2017

HERNANDEZ, I. M. *et al.* Studies on the Constituents of Yellow Cuban Propolis: GC-MS Determination of Triterpenoids and Flavonoids. **Journal of agricultural and food chemistry**, v. 58, n. 8, p. 4725-4730, 2010. Disponível em: <doi:10.1021/jf904527n> Acesso em: 06 jul. 2018.

HIRATA, R.; AMPESSAN, R. L.; LIU, J. Reconstrução de dentes anteriores com resinas compostas: uma seqüência de escolha e aplicação de resinas. **JBC: jornal brasileiro de clínica & estética em odontologia**, v. 5, n. 25, p. 15-25, jan./fev. 2001. Disponível em: <http://www.ronaldohirata.com.br/wp-content/uploads/2012/09/jbc25.pdf> Acesso em: 05 maio 2018

HUMPHREYA, L. T. *et al.* Earliest evidence for caries and exploitation of starchy plant foods in Pleistocene hunter-gatherers from Morocco. **PNAS: proceedings of the national academy of science of the United States of America**, Washington, US, v. 111, n. 3, p. 954-959, 21 jan. 2014. Disponível em: <DOI:10.1073/pnas.1318176111> Acesso em: 21 nov. 2017

IONASHIRO, M, GIOLITO, I. Nomenclatura, padrões e apresentação dos resultados em análise térmica. **ABRATEC [online]**. Disponível em: <http://abratec.lugar.com.br/download/nomenclatura\_anal\_termica.pdf> Acesso em: 04 ago. 2018

ISHIDA, V. F. de C. *et al.* A new type of Brazilian propolis: prenylated benzophenones in propolis from Amazon and effects against cariogenic bacteria. **Food chemistry**, London, GB, v. 125, n. 3, p. 966-972, 2011. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2010.09.089> Acesso em: 09 ago. 2018

JARDIM, P. *et al* Cimento de ionomero de vidro: uso e atual perspectivas em odontologia restauradora. **Revista da faculdade de odontologia de Porto Alegre**, Porto Alegre; v.48 n. 1/3, p 26-29, jan-dez 2017. Disponível em: <https://lume.ufrgs.br/handle/10183/22801> Acesso em: 30 ago. 2018

JIN, X. Z. *et al.* A new concept and finite-element study on dental bond strength tests. **Dental materials**, Kidlington, Inglaterra, v. 32, n. 10, p. 238-250, Oct. 2016. Disponível em: <DOI:10.1016/j.dental.2016.07.005> Acesso em: 25 mar. 2018

KALACHANDRA, S. Influence of fillers on the water sorption of composites. **Dental materials**, Kidlington, Inglaterra, v. 5, n. 4, p. 283-288, jul. 1989. Disponível em: <[https://doi.org/10.1016/0109-5641\(89\)90077-8](https://doi.org/10.1016/0109-5641(89)90077-8)> Acesso em: 26 mar. 2018

KALACHANDRA, S.; WILSON, T. W. Water sorption and mechanical properties of light-cured proprietary composite tooth restorative materials. **Biomaterials**, Surrey, Inglaterra, v. 13, n. 2, p. 105-109, 1992. Disponível em: <[https://doi.org/10.1016/0142-9612\(92\)90004-8](https://doi.org/10.1016/0142-9612(92)90004-8)> Acesso em: 05 set. 2017

KAMBUROGLU, K.; OZEN, T. Analgesic effect of anatolian própolis in mice. **Agri**, v. 23, n. 2, p. 47-50, abr. 2011. Disponível em: <DOI:10.5505/agri.2011.73745> Acesso em: 19 abr. 2017

KARABELA, M. M.; SIDERIDOU, I. D. Effect of the structure of silane coupling agents on sorption characteristics of solvents by dental resin-nanocomposites. **Dental materials**, Kidlington, Inglaterra, v. 24, n. 12, p. 1631-1639, 2008. Disponível em: <DOI:10.1016/j.dental.2008.02.021> Acesso em: 14 jun. 2017

KENNETH, J.; RAWLS, H.; SHEN, C. A. **Phillips - Materiais dentários**. 12. Ed. Rio de Janeiro: Elsevier, 2013.

KHURSHID, Z. *et al.* Propolis: A natural biomaterial for dental and oral health care. **Journal of dental research, dental clinics, dental prospects**, v. 11, n. 4, p. 265-274, 2017. Disponível em: <DOI:10.15171/joddd.2017.046> Acesso em: 18 abr. 2018

KLECZEWSKA, J. *et al.* Dental composites based on dimethacrylate resins reinforced by nanoparticulate silica. **Polimers and polymer composites**, v. 24, n. 6, p. 411-418, jul. 2016. Disponível em: <<https://www.researchgate.net/publication/305852894>> Acesso em: 25 jul. 2018

KOO, H. The influence of a novel propolis on mutans streptococci biofilms and caries development in rats. **Archives of oral biology**, v. 51, n. 1, p. 15-22, jul. 2006. Disponível em: <<https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/16054589>> Acesso em: 07 set. 2017

KHOSROSHAHI, Mohammed E.; ATAI, M.; NOURBAKHSH, M. S. Photopolymerization of dental resin as restorative material using an argon laser. **Lasers in medical science**, v. 23, n. 4, p. 399-406, October 2007. Disponível em: <[https://www.researchgate.net/publication/5910141\\_Photopolymerization\\_of\\_dental\\_resin\\_as\\_restorative\\_material\\_using\\_an\\_argon\\_laser](https://www.researchgate.net/publication/5910141_Photopolymerization_of_dental_resin_as_restorative_material_using_an_argon_laser)> Acesso em: 28 jul. 2018.

KRISHNASWAMY, N. R.; SUNITHA, C. Light-emitting diode vs halogen light curing of orthodontic brackets: a 15-month clinical study of bond failures. **American journal of orthodontics and dentofacial orthopedics**, Saint Louis, Mo, US, v. 132, n. 4, p. 518–523, 2007. Disponível em: <<https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/17920506>> Acesso em: 05 dez. 2017

LEE, J. H. *et al.* Titanium-silver alloy miniplates for mandibular fixation: in vitro and in vivo study. **Journal of oral and maxillofacial surgery**, v.74, n. 8, 2016. Disponível em: <<https://dx.doi.org/10.1016/j.joms.2016.04.010>> Acesso em: 05 dez. 2017

LIMA, G. D. S. *et al.* Monomeric antimicrobial polymerizable composition e.g. dental composition, comprises metal-containing methacrylate(s) incorporated into curable organic matrix containing inorganic filler, radiopacifier, and polymerization initiation system. **Patente:** US2018021225-A1 Derwent: 2018-07291L.

LIU, B.; XU, P. Smearing preparation used for, e.g. curing oral or dental diseases, comprises benzocaine, benzalkonium chloride, zinc chloride, and additives. **Patente.** CN102198126-A; CN102198126-B. Derwent: 2011-N72830

LIU, Fengwei *et al.* Mechanical properties of dental resin/composite containing urchin-like hydroxyapatite. **Dental materials**, v. 30, p. 1358-1368, 2014. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.dental.2014.10.003>> Acesso em: 06 jul. 2018

LIZENBOIM, K. *et al.* Bisphenol-A free dental polymeric materials. **Journal of adhesion science and technology**, Utrecht, Holanda, v. 27, n. 4, p. 354–370, 2013. Disponível em: <<https://doi.org/10.1080/01694243.2012.705540>> Acesso em: 07 jun. 2017

LONČAR, B. *et al.* The effect of low-level laser therapy on salivary glands in patients with xerostomia. **Photomedicine and laser surgery**, Larchmont, NY, US, v. 29, n. 3, p. 171–5, 2011. Disponível em: <<https://doi.org/10.1080/01694243.2012.705540>> Acesso em: 05 abr. 2017

LONGHINI, R. *et al.* Obtenção de extratos de própolis sob diferentes condições e avaliação de sua atividade antifúngica. **Revista brasileira de farmacognosia**, São Paulo, v. 17, n. 3, p. 388-395, 2007. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1590/S0102-695X2007000300015>> Acesso em: 18 abr. 2018

MACHADO, C. S. *et al.* **Composition comprising propolis as anticariogenic active ingredient.** Temuco, Chile: Universidad de La Frontera, 2010.

MACHADO, C. S. *et al.* Comparative study of chemical composition and biological activity of yellow, green, brown and red Brazilian propolis. **Evidence-based complementary and alternative medicine**, London, 2016. Disponível em: <[DOI:http://dx.doi.org/10.1155/2016/6057650](http://dx.doi.org/10.1155/2016/6057650)> Acesso em: 05 ago. 2018

MACHADO, C. T. *et al.* Influence of adhesion promoters and curing light sources on the shear bond strength of orthodontic brackets. **Indian journal of dental research**, v. 23, n. 6, p. 747-752, Nov-Dec 2012. Disponível em: <[DOI:10.4103/0970-9290.111252](https://doi.org/10.4103/0970-9290.111252)> Acesso em: 15 ago. 2018

MACHADO, S. C. *et al.* Comparative study of chemical composition and biological activity of yellow, green, brown, and red Brazilian propolis. **Evidence-based complementary and alternative medicine**, London, v. 2016, 11 pages, 2016. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1155/2016/6057650>> Acesso em: 16 ago. 2018

MARCUCCI, M. C. *et al.* Chemical composition of Brazilian propolis from São Paulo state. **Zeitschrift für naturforschung C**, v. 53c, n. 1, p. 117–119, fev. 1998. Disponível em: <[DOI:10.1515/znc-1998-1-220](https://doi.org/10.1515/znc-1998-1-220)> Acesso em: 15 nov. 2017

MARCUCCI, M. C. *et al.* Phenolic compounds from Brazilian propolis with pharmacological activities. **Journal of ethnopharmacology**, Lausanne, Suíça, v. 74, n. 2, p. 105-112, 2001. Disponível em: <<https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/11167028>> Acesso em: 09 jan. 2017

MARTINOTTI, S.; RANZATO, E. Propolis: a new frontier for wound healing? **Burns & trauma**, v. 3, n. 1, 2015. Disponível em: <DOI:10.1186/s41038-015-0010-z> Acesso em: 04 jan. 2017

MASKE, T. T. *et al.* *In vitro* biofilm models to study dental caries: a systematic review. **Biofouling**, Chur, Suíça, v. 33, n. 8, p. 661-75, 2017. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1080/08927014.2017.1354248>> Acesso em: 05 ago. 2017

MEZZARI, M. *et al.* Prevalência de candida spp. em biofilme dentário de usuários de aparelhos ortodônticos fixos. **Revista da faculdade de odontologia de Porto Alegre**, Porto Alegre, v. 53, n. 2, p. 5-10, mai./ago., 2012. Disponível em: <<https://seer.ufrgs.br/RevistadaFaculdadeOdontologia/article/view/32965>> Acesso em: 22 mar. 2017

MIRABELLA, D. *et al.* LED vs halogen light-curing of adhesive-precoated brackets. **The angle orthodontist**, Appleton, Wis, US, v. 78, n. 5, p. 935-940, 2008. Disponível em: <DOI:10.2319/042707-211.1> Acesso em: 01 set. 2017

NAM, S. *et al.* Antimicrobial activity of propolis on different oral bacteria. **Indian journal of science and technology**, v. 9, n. 15, apr. 2016. Disponível em: <DOI:10.17485/ijst/2016/v9i15/89174> Acesso em: 05 abr. 2018

NASCIMENTO, A. V. J. Própolis Verde - Produção, mercado, tendências e padronização. In: SEMINÁRIO APÍCOLA SOBRE PRÓPOLIS VERDE, 1., 2005, Muzambinho. **Anais...** Muzambinho, Brasil. 2005.

NASCIMENTO, L. E. *et al.* Colonization of Streptococcus mutans on esthetic brackets: self-ligating vs conventional. **American journal of orthodontics and dentofacial orthopedics**, v. 143, n. 4 suppl, p. 72-77, 2013. Disponível em: <DOI:10.1016/j.ajodo.2012.07.017> Acesso em: 23 set. 2017

NELSON-FILHO, P. *et al.* Gram-negative periodontal pathogens and bacterial endotoxin in metallic orthodontic brackets with or without an antimicrobial agent: an in-vivo study. **American journal of orthodontics and dentofacial orthopedics**, v. 140, n. 6, p. 281-287, dec. 2011. Disponível em: <DOI:10.1016/j.ajodo.2011.06.026> Acesso em: 06 fev. 2017

NEWMAN, G. V. Epoxy adhesives for orthodontic attachments: progress report. **American journal of orthodontics**, Saint Louis, v.51, n. 12, p. 901-912, 1965.

NIKOLAEV, A. B. Defensa de la ciudad de las abejas. In: IORISH, N. Propoleos - Investigaciones científicas y opiniones acerca de su composición, características y utilización com fines terapéuticos. Bucarest: Apimondia, 1975.

NOGUEIRA, M. A. *et al.* Atividade microbiana de óleos essenciais e extratos de própolis sobre bactérias cariogênicas. **Revista de ciências farmacêuticas básica e aplicada**, v. 28, n.1, p.93-97, 2007.

O'DONNELL, J. N. *et al.* Structure-composition-property relationships in polymeric amorphous calcium phosphate-based dental composites. **Materials**, Basel, Switzerland, v. 2, n. 4, p. 1929-1959, 2009. Disponível em: <DOI:[10.3390/ma2041929](https://doi.org/10.3390/ma2041929)> Acesso em: 14 abr. 2017

OKULUS, Z.; BUCHWALD, T.; VOELKEL, A. Characterization of light-cured, dental-resin-based biocomposites. **Journal of applied polymer science**, 2015. Disponível em: <DOI:[10.1002/app.42812](https://doi.org/10.1002/app.42812)> Acesso em: 20 abr. 2017

OLIVEIRA, Virginia del Carmen; BASTOS, Esther Margarida. Aspectos morfo-anatômicos da folha de *Baccharis dracunculifolia* DC. (Asteraceae) visando a identificação da origem botânica da própolis. **Acta botânica brasílica**, Porto Alegre, v. 12, n. 3, suppl. 1, p.431-439, 1998. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1590/S0102-33061998000400012>> Acesso em: 03 maio 2017

ÖZCAN, M.; DÜNDAR, M.; ÇÖMLEKOĞLU, M. E. Adhesion concepts in dentistry: tooth and material aspects. **Journal of adhesion science and technology**, v. 26, n. 24, p. 2661–2681, Dec 2012. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1080/01694243.2012.691038>> Acesso em: 27 jul. 2017

PACKER, Janaina F.; LUZ, Marisa M. S. da. Método para avaliação e pesquisa da atividade antimicrobiana de produtos de origem natural. **Revista brasileira de farmacognosia**, São Paulo, v. 17, n. 1, p.102-107, 2007. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1590/S0102-695X2007000100019>> Acesso em: 06 ago. 2017

PANDIS N. *et al.* Salivary Streptococcus mutans levels in patients with conventional and self-ligating brackets. **European journal of orthodontics**, v. 32, n. 1, p. 94-9, 2010. Disponível em: <<https://doi.org/10.1093/ejo/cjp033>> Acesso em: 15 jul. 2017

PAPAIIOANNOU, W. *et al.* Adhesion of porphyromonas gingivalis and biofilm formation on different types of orthodontic brackets. **International journal of dentistry**, v. 2012, 2012. Disponível em: <DOI:[10.1155/2012/471380](https://doi.org/10.1155/2012/471380)> Acesso em: 16 jul. 2017

PARDI, Vanessa. Selantes de fôssulas e fissuras: avaliação clínica e laboratorial. Piracicaba, SP: [s.n.], 2004.

PARK, Y. K. *et al.* Evaluation of brazilian propolis by both physicochemical methods and biological activity. **Honeybee science**, v. 21, n. 2, p. 85-90, 2000.

PARK, Y. K.; ALENCAR, M. S. de; AGUIAR, C. L. Botanical origin and chemical composition of brazilian propolis. **Journal of agricultural and food chemistry**, Easton, Pa., US, v. 50, n. 9, p. 2502–2506, 2002. Disponível em: <DOI:[10.1021/jf011432b](https://doi.org/10.1021/jf011432b)> Acesso em: 19 set. 2017

PARK, Y. K.; IKEGAKI, M.; ALENCAR, M. S. de. Classificação das própolis brasileiras a partir de suas características físico-químicas e propriedades biológicas. **Mensagem doce**, São Paulo, v. 58, n. 9, p. 3–7, 2000. Disponível em: <<https://www.apacame.org.br/mensagem-doce/58/artigo.htm>> Acesso em: 15 abr. 2017

PEJDA, S. Clinical and microbiological parameters in patients with self-ligating and conventional brackets during early phase of orthodontic treatment. **The angle orthodontist**,

v. 83, n. 1, p. 133-9, 2013. Disponível em: <<https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/22765511>> Acesso em: 06 jan. 2017

PEREIRA, A. S.; SEIXAS, F. R. M. S.; AQUINO NETO F. R. Própolis: 100 anos de pesquisa e suas perspectivas futuras. **Química nova**, São Paulo, v. 25, p. 321-326, 2000. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1590/S0100-40422002000200021>> Acesso em: 07 jan. 2017

PEROS, K. *et al.* Antimicrobial effect of different brushing frequencies with fluoride toothpaste on *Streptococcus mutans* and *Lactobacillus* species in children with fixed orthodontic appliances. **Korean journal of orthodontics**, v. 42, n. 5, p. 263-9, oct. 2012. Disponível em: <DOI:10.4041/kjod.2012.42.5.263> Acesso em: 12 jul. 2017

PICCINELLI, A. L. *et al.* Cuban and brazilian red propolis: botanical origin and comparative analysis by high-performance liquid chromatography–photodiode array detection/electrospray ionization tandem mass spectrometry. **Journal of agricultural and food chemistry**, v. 59, n. 12, pp. 6484–6491, 20 maio 2011. Disponível em: <DOI:10.1021/jf201280z> Acesso em: 08 mar. 2017

PINTO, M. S. *et al.* Efeito de extratos de própolis verde sobre bactérias patogênicas isoladas do leite de vacas com mastite. **Brazilian journal of veterinary research and animal science**, São Paulo, v. 38, n. 6, p. 278-283, 2001. Disponível em: <DOI:<https://doi.org/10.1590/S1413-95962001000600006>> Acesso em: 19 maio 2017

PINTO, M. S. *et al.* Efeito de extratos de própolis verde sobre bactérias patogênicas isoladas do leite de vacas com mastite. **Brazilian journal of veterinary research and animal science**, v. 38, n. 6, p. 278-283, 2001. Disponível em: <DOI:<https://doi.org/10.1590/S1413-95962001000600006>> Acesso em: 03 dez. 2017

Purificación Robles Rayaa, Ana Pilar Javierre Mirandab, Nemesio Moreno Millána, Ariadna Mas Casalsa, Elena de Frutos Echániza y M. Luisa Morató Agustía,b,. Manejo de las infecciones odontogénicas en las consultas de atención primaria: ¿antibiótico? **Atención primaria**, v. 49, n. 10, p. 611-618, 2017. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.aprim.2017.05.003>> Acesso em: 18 jan. 2018

RAMÍREZ, Paula *et al.* Prevalence of white spot lesions before and after orthodontic treatment. **Revista CES Odontología**, v. 27, n. 2, p.61-67, nov. 2014.

RASTELLI, M. C.; COELHO, U.; JIMENEZ, E. E. O. Avaliação da resistência ao cisalhamento de braquetes colados com resinas ortodônticas fluoretadas. **Dental press journal of orthodontics**, 2010, v. 15, n. 3, p.106-113, 2010. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1590/S2176-94512010000300013>> Acesso em: 05 fev. 2017

REPPY, M. A.; PINDZOLAB, B. A. Biosensing with polydiacetylene materials: structures, optical properties and applications. **Chemical communications**, Cambridge, UK, n. 42, p. 4317-4338, Jul. 2007. Disponível em: <DOI:10.1039/b703691d> Acesso em: 21 jul. 2017

REZVANI, M. B. *et al.* The effect of silica nanoparticles on the mechanical properties of fiber-reinforced composite resins. **Journal of dental research, dent clinics, dental**

**prospects**, v. 10, n. 2, p. 112-117, 2016. Disponível em: <DOI:10.15171/joddd.2016.018> Acesso em: 07 set. 2017

RIGHI, A. A. *et al.* Brazilian red propolis: unreported substances, antioxidant and antimicrobial activities. **Journal of the science of food and agriculture**, London, v. 91, n. 13, p. 2363–2370, 2011. Disponível em: <DOI:10.1002/jsfa.4468> Acesso em: 26 nov. 2017

ROCCO, E. I. *et al.* Identificação de espécies de *Candida* e susceptibilidade antifúngicos in vitro: estudo com 100 pacientes com candidíases superficiais. **Anais brasileiros de dermatologia**, Rio de Janeiro, v. 79, n. 6, p.689-697, 2004. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1590/S0365-05962004000600005> Acesso em: 13 set. 2017

RODRIGUES, G. M. C. Estudo por colonização de *Candida* sp. na cavidade oral de indivíduos soropositivo e soronegativo para HIV no nordeste paulista, Brasil. **Revista pan-americana de infectologia**, v. 9, n. 3, p.26-31, 2007.

RODRIGUESA, S. B. *et al.* Influence of hydroxyethyl acrylamide addition to dental adhesive resin. **Dental materials**, Kidlington, Inglaterra, v. 31, n. 12, p. 1579-86, dec. 2015. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1016/j.dental.2015.10.005 > Acesso em: 02 ago. 2018

RONG, M. Z. *et al.* Interfacial effects in polypropylene-silica nanocomposites. **Journal of applied polymeer science**, v. 92, n. 3, p. 1771-1781, 2004. Disponível em: <DOI:https://doi.org/10.1002/app.20139> Acesso em: 07 jan. 2017

RORETI, V. C. *et al.* Recent progress of propolis for its biological and chemical compositions and its botanical origin. **Evidence-based complementary and alternative medicine**, v. 2013, p. 1-13, 2013. Disponível em: <DOI:10.1155/2013/697390> Acesso em: 22 abr. 2017

ROSA, L. I.; CHAIN, M. C. Materiais dentários: histórico, classificação e propriedades. **Grupo A**. (Editora ArtMed). Disponível em: <http://srvd.grupoa.com.br/uploads/imagens/Extra/legado/C/CHAIN\_Marcelo\_C/Materiais\_Dentarios/Lib/Cap\_01.pdf> Acesso em: 05 ago. 2018

RUEGGEBERG, F. Contemporary issues in photocuring. **Compendium of continuing education in dentistry**, v. 20, n. 25, p. 4-15, supplement, 1999. Disponível em: <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/11908395> Acesso em: 06 jul. 2018

SÁNCHEZ, S. L. M. **Caracterização das propriedades mecânicas de uma resina ortodôntica usada na colagem de braquetes**. 2012. [67] f. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciência dos Materiais) – Centro de Ciências e Tecnologia, Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência dos Materiais, Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, 2012.

SALGADO, V. E. *et al.* Degradation os optical and surface properties of resin-based composites with distinct nanoparticle sizes but equivalente surface área. **Journal of dentistry**, v. 59, p. 48-53, 2017. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1016/j.jdent.2017.02.008> Acesso em: 04 jul. 2018

SALLUM, E. J. *et al.* Clinical and microbiologic changes after removal of orthodontic appliances. **American journal of orthodontics and dentofacial orthopedics**, Saint Louis, Mo., US, v. 126, n. 3, 2004. Disponível em: <DOI:10.1016/S0889540604004342> Acesso em: 03 ago. 2017

SCAZZOCCHIO, F. *et al.* Multifactorial aspects of antimicrobial activity of propolis. **Microbiological research**, Jena, Alemanha, v. 161, n. 4, p. 327–333, 2006. Disponível em: <DOI:10.1016/j.micres.2005.12.003> Acesso em: 06 abr. 2017

SCHNEIDER, A. C. *et al.* Influência de três modos de fotopolimerização sobre a microdureza de três resinas compostas. **Polímeros**, São Carlos, v. 26, n. esp., 2016. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1590/0104-1428.1855>> Acesso em: 02 dez. 2017

SCHNEIDER, L. F. *et al.* Degradation resistance of silorane, experimental ormocer and dimethacrylate resinbased dental composites. **Journal of oral science**, Tokyo, v. 53, n. 4, p. 413-419, 2011. Disponível em: <<https://doi.org/10.2334/josn.usd.53.413>> Acesso em: 07 jul. 2017

SUGA, S. S.; GUEDES-PINTO, A. C.; SIMIONATO, M. R. L. Avaliação in vitro da influência do polimento superficial de resina acrílica para aparelhos ortodônticos na adesão e remoção de *Streptococcus mutans*. **Revista dental press de ortodontia e ortopedia facial**, Maringá, v. 10, n. 1, p. 94-107, jan./fev. 2005. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1590/S1415-54192005000100011>> Acesso em: 15 ago. 2017

SFORCIN, J. M.; BANKOVA, V.; KUROPATNICKI, A. K. Medical benefits of honeybee products [editorial]. **Evidence-based complementary and alternative medicine**, v. 2017, Disponível em: <<https://doi.org/10.1155/2017/2702106>> Acesso em: 18 abr. 2018

SFORCIN, José Maurício. Medical benefits of honeybee products. **Evidence-based complementary and alternative medicine**, v. 2017, 2017. Disponível em: <<https://doi.org/10.1155/2017/2702106>> Acesso em: 09 jan. 2018

SHAI, Y. ATR-FTIR studies in pore forming and membrane induced fusion peptides. **Biochimica et biophysica acta**, Amsterdam, v.1828, n. 10, p. 1-8, Oct. 2013. Disponível em: <DOI:10.1016/j.bbamem.2012.11.027> Acesso em: 10 fev. 2017

Sheiham A, James WP. Diet and dental caries: the pivotal role of free sugars reemphasized. **Journal of dental research**, Thousand Oaks, Calif., US, v. 94, n. 10, p. 1341-7, Oct. 2015. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1177/0022034515590377>> Acesso em: 05 jul. 2017

SIDERIDOU, I.; TSERKI, V.; PAPANASTASIOU, G. Study of watersorption, solubility and modulus of elasticity of light-cureddimethacrylate-based dental resins. **Biomaterials**, Surrey, Inglaterra, v. 24, n. 4, p. 655–65, 2003. Disponível em: <<https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/12437960>> Acesso em: 08 abr. 2017

SILVA, J. M. F. *et al.* Resinas compostas: estágio atual e perspectivas. **Revista odonto**, v. 16, n. 32, p. 98-104, 2008. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.15603/2176-1000/odonto.v16n32p98-104>> Acesso em: 15 mar. 2017

SILVA, M. S. S. et al. Triterpenóides tipo cicloartano de propolis de Teresina-PI. **Química nova**, São Paulo, v. 28, n. 5, p. 801–804, set./out. 2005. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1590/S0100-40422005000500013>> Acesso em: 07 set. 2017

SIMÕES, C. C.; ARAUJO, D. B.; ARAUJO, R. P. C. Estudo in vitro e ex vivo da ação de diferentes concentrações de extratos de própolis frente aos microrganismos presentes na saliva de humanos. **Revista brasileira de farmacognosia**, São Paulo, v. 18, n. 1, p. 84-89, 2008. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1590/S0102-695X2008000100016>> Acesso em: 06 jul. 2017

SIMOES, L. M. C. *et al.* Effect of Brazilian green propolis on the production of reactive oxygen species by stimulated neutrophils. **Journal of ethnopharmacology**, Lausanne, Suíça, v. 94, n. 1, p. 59–65, 2004. Disponível em: <<https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/15261964>> Acesso em: 15 maio 2017

SKOOG, D. A.; WEST, D. M.; HOLLER, F. J.; CROUCH, S. R. **Fundamentos de química analítica**. 8. ed. São Paulo: Cengage Learning, 2010. cap. 24 e 26.

SOBRAL, M. A. P. *et al.* Influência da dieta líquida ácida no desenvolvimento de erosão dental. **Pesquisa odontológica brasileira**, São Paulo, v. 14, n. 4, p. 406-410, out./dez. 2000. Disponível em: <<http://www.scielo.br/pdf/pob/v14n4/v14n4a16.pdf>> Acesso em: 07 abr. 2017

SZESZ, A. L. *et al.* Influência de diferentes bebidas na estabilidade de cor da resina composta. **Odontologia clínico-científica**, Recife, v.10, n. 4, out./dez. 2011. Disponível em <[http://revodonto.bvsalud.org/scielo.php?script=sci\\_arttext&pid=S1677-38882011000400004&lng=pt&nrm=iso](http://revodonto.bvsalud.org/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S1677-38882011000400004&lng=pt&nrm=iso)> Acesso em: 30 jun. 2017

TANAKA, J. *et al.* Correlation of dentin bond durability with water absorption of bonding layer. **Dental materials journal**, Tokyo, v. 18, p.11-8, 1999. Disponível em: <<https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/10786144>> Acesso em: 06 mar. 2017

TANASIEWICZ, M. *et al.* Influence of hygienic preparations with a 3% content of ethanol extract of brazilian propolis on the state of the oral cavity. **Advances in clinical and experimental medicine**, Breslávia, Polônia, v. 21, n. 1, p. 81-92, 2012. Disponível em: <<http://www.advances.umed.wroc.pl/en/article/2012/21/1/81/>> Acesso em: 05 mar. 2017

TEIXEIRA, M. L.; MEZZARI, A. Prevalência de candida albicans e candida não-albicans em próteses dentárias. **NewsLab**, São Paulo, v. 70, p.116-122, 2005.

TOKUMI, André Fabiano dos Anjos. **Cor em odontologia**. 2007 143 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Especialização em Prótese Dentária) - Curso de Especialização em Prótese Dentária, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2007.

TOLENTINO, Elen de Souza *et al.* Avaliação da aceitação de pacientes em relação ao uso de antissépticos orais e estudo do pH das diferentes soluções. **Revista brasileira de odontologia**, Rio de Janeiro, v. 67, n. 1, p.13-8, jan./jun. 2010. Disponível em: <<http://revista.aborj.org.br/index.php/rbo/article/view/140>> Acesso em: 22 jan. 2017

TORETI, V. C. *et al.* Recent trimellitic anhydride. **Biomaterials**, Surrey, Inglaterra, 24, p. 1381–7, 2003.

TROCA, V. B. P. B. *et al.* Effect of green propolis addition to physical mechanical properties of glass ionomer cements. **Journal of applied oral science**, Bauru, v. 19, n. 2, mar./apr. 2011. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1590/S1678-77572011000200004>> Acesso em: 15 jan. 2017

TRUSHEVA, B. *et al.* Bioactive constituents of brazilian red propolis. **Evidence-based complementary and alternative medicine**, London, v. 3, n. 2, p. 249–254, 2006. Disponível em: <DOI:10.1093/ecam/nel006> Acesso em: 10 jan. 2017

UNEMORI, M. *et al.* Water absorption of poly(methyl methacrylate) containing 4-methacryloxyethyl trimellitic anhydride. **Biomaterials**, Surrey, Inglaterra, v. 24, n. 8, p. 1381-1387, apr. 2003. Disponível em: <[https://doi.org/10.1016/S0142-9612\(02\)00521-5](https://doi.org/10.1016/S0142-9612(02)00521-5)> Acesso em: 09 jan. 2017

WANG, R.; HABIB, E.; ZHU, X. X. Synthesis of wrinkled mesoporous silica and its reinforcing effect for dental resin composites. **Dental materials**, Kidlington, Inglaterra, v. 33, n. 10, p. 1139-1148, oct. 2017. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.dental.2017.07.012>> Acesso em: 07 jan. 2018

WILSON-RICH, N. **Genetic, individual, and group facilitation of disease resistance in honey bees (*Apis mellifera*) and two species of paper wasps (*Polistes dominulus* and *P. fuscatus*)**. Dissertation. Tufts University. Department of Biology. 2011. Disponível em: <<http://hdl.handle.net/10427/011574>> Acesso em: 18 mar. 2017

WOLF, H. F.; HASSELL, T. M. **Manual de periodontia: fundamentos, diagnóstico, prevenção e tratamento**. Porto Alegre: Artmed, 2008. 352 p.

XAVIER, J. B. *et al.* Monitorização e modelação da estrutura de biofilmes. **Boletim de biotecnologia**, São Paulo, [s. d]. Disponível em: <<https://docs.ufpr.br/~microgeral/arquivos/pdf/pdf/biofilmes.pdf>> Acesso em: 02 ago. 2018

XIAOBO, H.; LIFEI, Z.; BAIZHEN, L. Recent progress in the studies on pharmacological activity of propolis. **China pharmaceuticals**, 2006.

XU, H. H.; Weir, M. D.; SUN, L. Calcium and phosphate ionreleasing composite: effect of pH on release and mechanical properties. **Dental materials**, Kidlington, Inglaterra, v. 25, n. 4, p. 535–42, 2009. Disponível em: <DOI:<https://doi.org/10.1016/j.dental.2008.10.009>> Acesso em: 06 abr. 2018

XU, H. H.; Weir, M. D.; SUN, L. Nanocomposites with Ca and PO<sub>4</sub> release: effects of reinforcement, dicalcium phosphate particle size and silanization. **Dental materials**, Kidlington, Inglaterra, v. 23, n. 12, p. 1482–91, 2007. Disponível em: <DOI:10.1016/j.dental.2007.01.002> Acesso em: 05 abr. 2018

YIN, M.; LIU, F.; HE, J. Preparation and characterization of Bis-GMA free dental resin system with synthesized dimethacrylate monomer TDDMMA derived from tricyclo

[5.2.1.0(2,6)] - decanedimethanol. **Jornal of the mechanical behavior of biomedical materials** v. 57, p. 157-163, apr. 2016. Disponível em: <DOI:10.1016/j.jmbbm.2015.11.020> Acesso em: 22 maio 2018

Yiu, C. K. *et al.* Effect of chlorhexidine incorporation into dental adhesive resin on durability of resin-dentin bond. **The journal of adhesive dentistry**, Carol Stream, US, v. 14, n. 4, p. 355–362, out. 2012. Disponível em: <<https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/22518385>> Acesso em: 15 ago. 2018

ZAREI, Mina *et al.* Evaluation of the expression of VIII factor and VEGF in the regeneration of non-vital teeth indogs using propolis. **Iranian journal of basic medical sciences**, v. 20, n. 2, p. 172-177, 2017. Disponível em: <DOI:10.22038/ijbms.2017.8243> Acesso em: 13 ago. 2018

ZHAO, Wen-Rui *et al.* A novel electrochemical sensor based on gold nanoparticles and molecularly imprinted polymer with binary functional monomers for sensitive detection of bisphenol A. **Journal of electroanalytical chemistry**, Lausanne, Suíça, v. 786, p. 102–111, 2017. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.jelechem.2017.01.003>> Acesso em: 12 ago. 2018

**ANEXOS**

## ANEXOS 1 – Patente: Resina Ortodôntica incrementada com própolis amarela.

O presente trabalho tem como objetivo incrementar e agregar valor a um produto comercial de boa aceitação, a Resina Orthocem® utilizada na prática da ortodontia, conferindo-lhe ação bacteriostática através do princípio ativo da própolis, a fim de minimizar os efeitos cariogênicos e as gengivites que surgem no transcorrer dos tratamentos ortodônticos que duram em média de dois a três anos, podendo extrapolar esse prazo a depender do paciente. O incremento da própolis amarela, liofilizada e pulverizada fôra adicionada em frações de 1%, 2%, 5% a 120mg dessa resina, mixada em misturador eletrônico, posteriormente testada sua adesividade ao tecido dentário, onde se obteve valores animadores ao não comprometimento da principal função do material de manter os braquetes bem aderido ao dente, onde encontrou-se o maior valor em adesividade de 69,98 a 1% em relação a amostra branco com 60,13; sob força de Cisalhamento.

### 2.6 Revisão Patentária

**Tabela 4** - Representação da Prospecção nos principais bancos de patentes, referente à proposta aqui desenvolvida sobre Resina ortodôntica incrementada com própolis amarela como parte da pesquisa geral.

BUSCAS POR	PATENTSCOPE	DARWENT	SPACENET	WIPO
<b>Propolis and resin</b>	95	288	134	95
<b>Propolis and yellow</b>	68	180	92	68
<b>Propolis and dental material</b>	06	37	08	06
<b>Orthocem Resin</b>	00	00	00	00

Fonte: elaborada pela autora.

## FONTES DE FINANCIAMENTO

CAPES- FAPEAL- CNPQ

## ANEXO 2 – Registro de depósito de patente



05/06/2018 870180047650  
10:26  
29409161805516484

Pedido nacional de Invenção, Modelo de Utilidade, Certificado de Adição de Invenção e entrada na fase nacional do PCT

Número do Processo: BR 20 2018 011344 0

Dados do Depositante (71)

---

Depositante 1 de 1

Nome ou Razão Social: UNIVERSIDADE FEDERAL DE ALAGOAS

Tipo de Pessoa: Pessoa Jurídica

CPF/CNPJ: 24464109000148

Nacionalidade: Brasileira

Qualificação Jurídica: Instituição de Ensino e Pesquisa

Endereço: Av. Lourival Melo Mota, s/n, Tabuleiro do Martins

Cidade: Maceió

Estado: AL

CEP: 57072-970

País: Brasil

Telefone: 82-3214-1064

Fax: 82-3214-1035

Email: nh@propep.ufal.br

---

PETICIONAMENTO  
ELETRÔNICO

Esta solicitação foi enviada pelo sistema Petição Eletrônica em 05/06/2018 às 10:26, Petição 870180047650

**ANEXO 3 – Declaração do Comitê de Ética – CEUA**

UNIVERSIDADE FEDERAL DE ALAGOAS  
PRÓ-REITORIA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA  
COMISSÃO DE ÉTICA NO USO DE ANIMAIS

**DECLARAÇÃO**

Declaramos, para os devidos fins, que o projeto intitulado “*Síntese, caracterização, estabilidade e toxicidade de resinas ortodônticas associadas à nanomateriais - Sinresinano*”, sob a responsabilidade de **Christiane Ribeiro da Silva Pimentel**, doutoranda do Programa de Doutorado da Renorbio (Rede Nordeste de Biotecnologia) terá o material biológico (30 elementos dentários) adquirido na Clínica da Escola de Pós-graduação da FUNORT – MG – Núcleo Alagoas – NEO Odontologia, de acordo com documentação apresentada à Comissão de Ética da Universidade Federal de Alagoas – CEUA/UFAL. Uma vez que não haverá manipulação de animais vivos, o projeto não requer certificação desta comissão, conforme determina a Resolução Normativa nº 30, de 02/02/2016, do Conselho Nacional de Controle de Experimentação Animal – CONCEA.

Maceió, 29 de novembro de 2018.

Elvan Nascimento dos Santos Filho

Coordenador da CEUA

SIAPE 1756479

Elvan Nascimento dos Santos Filho  
MÉDICO VETERINÁRIO