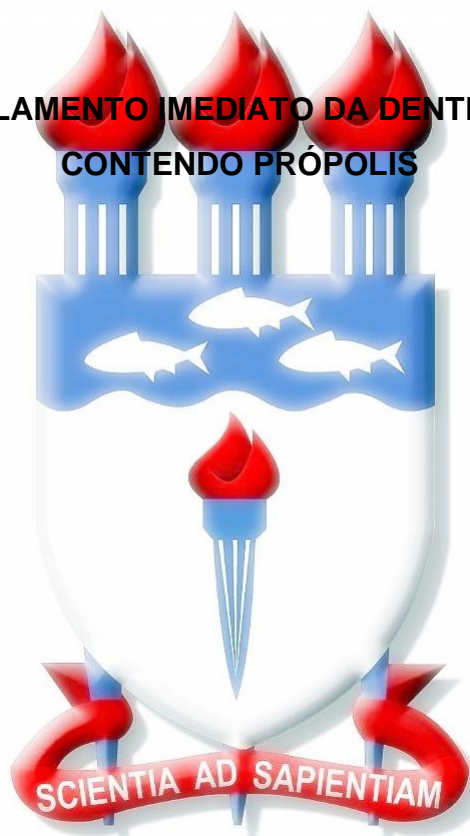


UNIVERSIDADE FEDERAL DE ALAGOAS  
FACULDADE DE ODONTOLOGIA

DANIELA FERREIRA DE OLIVEIRA

**EFICIÊNCIA DO SELAMENTO IMEDIATO DA DENTINA COM ADESIVOS  
CONTENDO PRÓPOLIS**

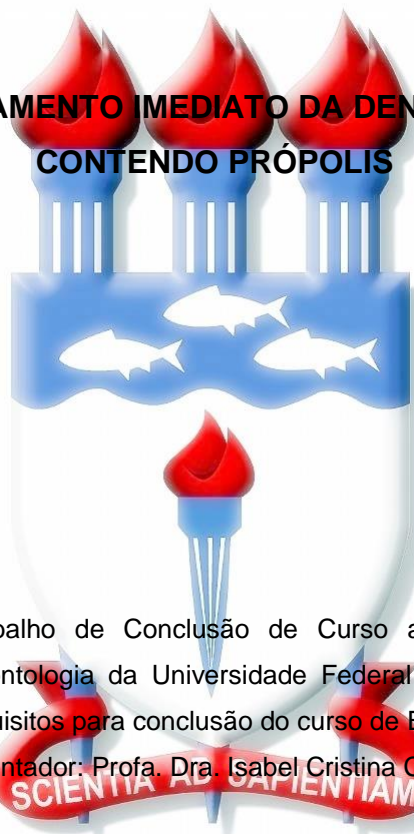


MACEIÓ-AL  
2022-1

UNIVERSIDADE FEDERAL DE ALAGOAS  
FACULDADE DE ODONTOLOGIA

DANIELA FERREIRA DE OLIVEIRA

**EFICIÊNCIA DO SELAMENTO IMEDIATO DA DENTINA COM ADESIVOS  
CONTENDO PRÓPOLIS**



Trabalho de Conclusão de Curso apresentado à Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Alagoas, como parte dos requisitos para conclusão do curso de Bacharel em Odontologia.  
Orientador: Profa. Dra. Isabel Cristina Celerino de Moraes Porto.

MACEIÓ-AL

2022-1

**Catálogo na Fonte**  
**Universidade Federal de Alagoas**  
**Biblioteca Central**  
**Divisão de Tratamento Técnico**

Bibliotecário: Marcelino de Carvalho Freitas Neto – CRB-4 – 1767

O48c Oliveira, Daniela Ferreira de.  
Eficiência do selamento imediato da dentina com adesivos contendo  
própolis / Daniela Ferreira de Oliveira. – 2022.  
33 f. : il.

Orientadora: Isabel Cristina Celerino de Moraes Porto.  
Monografia (Trabalho de Conclusão de Curso em Odontologia) –  
Universidade Federal de Alagoas. Faculdade de Odontologia. Maceió,  
2022.

Bibliografia: f. 28-31.  
Apêndices: f. 33.

1. Adesivos dentinários. 2. Própole. 3. Permeabilidade da dentina. I.  
Título.

CDU: 616.314.14

## **AGRADECIMENTOS**

Agradeço a DEUS por toda sua benignidade. Com sua imensa compaixão permitiu-me concluir a graduação, dando-me forças e resiliência a cada amanhecer, me mostrando que passos maiores estão para ser dados, sempre com sua permissão e proteção divina.

Agradeço a minha família, meus pais Josefa Jane Ferreira de Oliveira e João Inácio de Oliveira, por todo apoio durante minha formação e até mesmo antes dela, desde os anos de estudos pré-vestibulares para se aprovada no curso de Odontologia. Agradeço a meus nove irmãos, cada um em sua particularidade me serviu de exemplo e de grande apoio para que os meus objetivos se concretizassem.

Agradeço aos meus amigos que se fizeram presentes em minha vida, aliviando o peso da jornada e compartilhando experiências. Agradeço em especial minha eterna dupla Andersom Marcos que, compartilhou comigo o dia-dia das clínicas, sempre me ajudando no que fosse preciso e possível. A minha amiga/irmã parceira de trabalho de iniciação científica Lucineide Rocha, por todo comprometimento durante as nossas pesquisas de PIBIC.

Agradeço a profa. Dra. Isabel Cristina Celerino de Moraes Porto por toda confiança durante esses anos em que tive o privilégio em ser sua orientanda e aprender um pouco do vasto conhecimento que ela carrega. Agradeço por ter me dado a oportunidade em trabalhar em pesquisas científicas e ter se tornado um dos exemplos de mulher, professora e cientista que irei carregar comigo durante minha jornada.

Minha eterna Gratidão a Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Alagoas (FOUFAL), por ter sido fonte de conhecimento e motivação com todos os seus excelentes profissionais que fizeram da FOUFAL minha casa e família durante esse ciclo.

# SUMÁRIO

<b>MANUSCRITO.....</b>	<b>7</b>
1. <b>RESUMO.....</b>	<b>7</b>
2. <b>ABSTRACT.....</b>	<b>8</b>
3. <b>INTRODUÇÃO.....</b>	<b>9</b>
4. <b>METODOLOGIA.....</b>	<b>10</b>
4.1. Preparo do extrato de própolis.....	10
4.2. Preparo dos adesivos.....	11
4.3. Preparo dos dentes.....	11
4.4. Procedimento adesivo.....	12
4.5. Moldagem e obtenção das réplicas.....	12
4.6. Preparo da microscopia eletrônica de varredura.....	13
4.7. Análise da quantidade de água na superfície da camada híbrida.....	13
4.8. Análise estatística.....	14
5. <b>RESULTADOS.....</b>	<b>14</b>
6. <b>DISCUSSÃO.....</b>	<b>21</b>
7. <b>CONCLUSÃO.....</b>	<b>25</b>
8. <b>REFERÊNCIAS.....</b>	<b>25</b>
9. <b>APÊNDICE.....</b>	<b>28</b>

**MANUSCRITO**

---

**EFICIÊNCIA DO SELAMENTO IMEDIATO DA DENTINA COM ADESIVOS  
CONTENDO PRÓPOLIS**

EFFICIENCE OF PROPOLIS-DOPED DENTING-BONDING AGENTS ON  
IMMEDIATE DENTIN SEALING

**Daniela Ferreira de Oliveira<sup>1</sup>**

**Isabel Cristina Celerino de Moraes Porto<sup>2</sup>**

<sup>1</sup>Aluna de graduação, Faculdade de Odontologia, Universidade Federal de Alagoas, Campus AC Simões, Av. Lourival Melo Mota, S / N, Tabuleiro do Martins, Maceió, AL, Brasil. [daniferreira.oliver@gmail.com](mailto:daniferreira.oliver@gmail.com)

<sup>2</sup>Professora de Odontologia Restauradora, Faculdade de Odontologia, Universidade Federal de Alagoas, Campus AC Simões, Av. Lourival Melo Mota, S / N, Tabuleiro do Martins, Maceió, AL, Brasil. [isabel.porto@foufal.ufal.br](mailto:isabel.porto@foufal.ufal.br) .

**Autor para correspondência:**

Isabel Cristina Celerino de Moraes Porto

Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Alagoas

Campus AC Simões. Av. Lourival Melo Mota, S/N

Tabuleiro dos Martins Maceió/AL, Brasil

CEP: 57072-900

Telefone: (82) 3214-1169

E-mail: [isabel.porto@foufal.ufal.br](mailto:isabel.porto@foufal.ufal.br)

## RESUMO

**Introdução:** A própolis é um material resinoso natural e efetivo na obliteração dos túbulos dentinários. **Objetivo:** O objetivo desse estudo foi analisar a efetividade do selamento dentinário de adesivos dentais com própolis. **Materiais e métodos:** Foi sintetizado um adesivo experimental (AE) a base de metacrilatos. Própolis vermelha (PV) foi adicionada ao AE e ao adesivo Single Bond Universal (SB) nas seguintes concentrações 20 $\mu$ g/mL, 250 $\mu$ g/mL e 500 $\mu$ g/mL. AE e SB puros foram usados como controle. Sob pressão pulpar simulada, duas camadas de adesivo foram aplicadas sobre discos de dentina humana condicionada com ácido fosfórico. Três minutos após a fotopolimerização, a superfície de dentina hibridizada foi moldada e réplicas de resina epóxi foram obtidas e analisadas em microscópio eletrônico de varredura. Os dados foram avaliados utilizando-se o teste F ANOVA complementado pelo teste de Tukey ( $\alpha=0,05$ ). **Resultados:** O adesivo SB com própolis nas concentrações de 20  $\mu$ g/mL ( $7,62 \pm 1,85$ ), 250  $\mu$ g/mL ( $7,72 \pm 2,50$ ) e 500  $\mu$ g/mL ( $4,40 \pm 1,36$ ) reduziu significativamente a passagem de água através da dentina hibridizada ( $p \leq 0,05$ ), comparado ao controle ( $25,70 \pm 5,55$ ). O AE puro formou uma camada permeável após três minutos de sua polimerização, entretanto, a adição de PV reduziu significativamente ( $p < 0,05$ ) a água na superfície da dentina hibridizada ( $14,32 \pm 4,70$ ;  $10,55 \pm 3,28$  e  $8,08 \pm 2,54$ ) de modo concentração dependente, comparados ao AE puro ( $23,74 \pm 6,36$ ). **Conclusão:** Os adesivos com própolis vermelha de Alagoas foram eficientes em reduzir a permeação de água para superfície da dentina hibridizada.

**Palavras-chave:** Adesivos dentinários; Própolis; Camada híbrida; Permeabilidade da dentina.



## ABSTRACT

**Introduction:** Propolis is a natural resinous material and effective in the obliteration of dentinal tubules. **Objective:** The objective of this study was to analyze the effectiveness of dentin sealing of dental adhesives with propolis. **Materials and methods:** An experimental methacrylate-based adhesive (AE) was synthesized. Red propolis (PV) was added to the AE and to the Single Bond Universal (SB) adhesive at the following concentrations 20 $\mu$ g/mL, 250 $\mu$ g/mL e 500 $\mu$ g/mL. Pure AE and SB were used as controls. Under simulated pulp pressure, two layers of adhesive were applied over phosphoric acid-etched human dentin discs. Three minutes after light curing, the hybridized dentin surface was molded and epoxy resin replicas were obtained and analyzed under a scanning electron microscope. Data were evaluated using the F ANOVA test complemented by Tukey's test ( $\alpha=0.05$ ). **Results:** SB with propolis at concentrations of 20  $\mu$ g/mL ( $7,62 \pm 1,85$ ), 250  $\mu$ g/mL ( $7,72 \pm 2,50$ ) and 500  $\mu$ g/mL ( $4,40 \pm 1,36$ ) reduced significantly the flow of water through the hybrid layer ( $p<0.05$ ) compared to the control group ( $25.70 + 5.55$ ). The experimental adhesive without propolis formed a permeable hybrid layer three minutes after polymerization. However, the addition of PV reduced significantly ( $p<0.05$ ) the water on the surface of the hybridized dentin ( $14.32 + 4.70$ ;  $10, 55 + 3.28$  and  $8.08 + 2.54$ ) in a concentration-dependent way compared to pure AE ( $23.74 + 6.36$ ). **Conclusion:** Experimental adhesives with propolis were efficient in reducing water permeation to the hybridized dentin surface.

**Keywords:** Dentin bonding agents; Propolis; Hybrid layer; Dentin permeability.

## 1. INTRODUÇÃO

Novas técnicas, materiais ou avanços tecnológicos estimulam mudanças na prática da Odontologia e os sistemas adesivos são um exemplo disso. Essa importante modificação teve início após a técnica de condicionamento ácido do esmalte proposta por Buonocore em 1955, que forma uma superfície favorável à penetração e ao embricamento mecânico das resinas hidrófobas.<sup>1</sup> A adesão na estrutura dentária é um processo de troca, onde os minerais são retirados dos tecidos dentários e então substituídos por monômeros resinosos. Duas fases estão envolvidas nessa troca. A primeira está relacionada a descalcificação seletiva da estrutura dentária, com consequente formação de poros na superfície do esmalte e exposição das fibrilas de colágeno e alargamento da embocadura dos túbulos, na dentina. A segunda fase é conhecida como hibridização, relacionada à penetração e a polimerização dos monômeros nos espaços formados pela remoção mineral e no interior dos túbulos dentinários. Com isso, as condições necessárias para que ocorra uma adesão efetiva nas estruturas mineralizadas dos dentes são geradas.<sup>4</sup>

A finalidade do uso dos adesivos resinosos é promover um perfeito vedamento da cavidade pela sua união aos tecidos dentais mineralizados, reduzindo, assim, a microinfiltração marginal. A microinfiltração ocorre quando bactérias, fluidos, moléculas ou íons conseguem passar pela interface dente-restauração, favorecendo à formação de cárie e sensibilidade pós-operatória.<sup>3</sup>

O sistema adesivo resinoso atualmente é classificado de acordo com o tratamento da *smear layer* em três categorias: adesivos convencionais, adesivos autocondicionantes e universais. Além disso, são divididos em sistemas de passo único, dois ou três passos, se combinado, ou não, ao ácido, primer e adesivo.<sup>3,5</sup> Cada categoria de adesivo possui vantagens e desvantagens, cabendo ao profissional selecioná-lo de acordo com os conhecimentos do mecanismo de adesão do material, suas particularidades e as características do substrato dental em que irá se aderir.<sup>6</sup>

Materiais que possam ser incorporados para melhorar as características dos adesivos estão sendo alvo de pesquisadores. Um exemplo disso é a própolis. Esse é um material natural produzido por abelhas ao misturar sua saliva com brotos e resinas de plantas, e que vem sendo estudado amplamente na odontologia devido as suas propriedades biológicas. Os flavonoides são um dos principais componentes ativos da própolis e são responsáveis por sua ação antioxidante, antibacteriana, antifúngica e anti-inflamatória.<sup>7</sup> Todas essas características são altamente desejáveis em um sistema adesivo.

Através da ação antioxidante esse composto exibe potencialidade para inibir as enzimas metaloproteinases da matriz e promover a estabilidade da camada híbrida. Como antibacteriano e antifúngico atua na prevenção de cáries secundárias e eliminação das bactérias remanescentes nas paredes cavitárias e o efeito anti-inflamatório é desejado ao se aplicar um adesivo em cavidades muito profundas devido a sua proximidade com o tecido pulpar. Porto e cols.<sup>8</sup> mostraram que, adesivos com própolis podem aumentar a durabilidade da interface adesiva.

No entanto, adesivos simplificados não selam hermeticamente a dentina vital profunda, a menos que sejam cobertos imediatamente com resina.<sup>9</sup> A própolis é um material resinoso, hidrofóbico, e que aumenta o grau de conversão do adesivo<sup>8</sup>. Assim, espera-se que a mistura adesivo/própolis resulte em melhor selamento dentinário.

O objetivo geral desse estudo foi analisar a efetividade de selamento dentinário de adesivos dentais com própolis

## **2. METODOLOGIA**

Esse estudo tem a aprovação do Comitê de Ética em Pesquisa com Humanos da Universidade Federal de Alagoas (APÊNDICE A). Foram utilizados terceiros molares humanos hígidos, extraídos por razões diversas, obtidos após assinatura de Termo de Consentimento Livre e Esclarecido. Os dentes foram limpos para remoção dos debris com auxílio de curetas periodontais e polidos com pasta de pedra-pomes e água, aplicada com taça de borracha e mantidos em Cloramina T 0,5% a 4°C até o momento do uso.

### **Preparo do extrato de própolis**

A própolis bruta foi coletada do apiário Ilha do Porto, Marechal Deodoro, Alagoas, Brasil. O projeto foi registrado no SISGEN (Sistema Nacional de Gestão do Patrimônio Genético), com o número de cadastro A88DA2B. A própolis bruta foi triturada manualmente, misturada com 600 mL de etanol 80% e mantida em um agitador por 48 horas. Decorrido este período, o macerado (parte líquida) foi retirado com uma pipeta, e a massa sólida foi submetida a uma segunda extração com 600 mL de etanol 80% em um recipiente de vidro. A nova mistura permaneceu no agitador durante 24 horas e, ao fim desse período, mantida sem agitar por mais 24 horas.

Em sequência, todo o macerado foi filtrado em filtro de papel e levado para destilação sob pressão reduzida no rotaevaporador (Fisatom, EUA), em banho-maria, com temperatura entre 80°C e 90°C e pressão de -650mm de mercúrio, a uma velocidade de 8 rpm, para a retirada do solvente. Ao fim desse processo, o extrato etanólico de própolis (EEP) foi depositado em recipiente de vidro e submetido a evaporação espontânea do solvente, por três dias, até se transformar em uma massa semissólida.

Uma solução mãe foi preparada adicionando-se 50 mg de EEP a 5 mL de etanol e levada ao ultrassom (UltraCleaner 700, Unique) durante 1 minuto para completa solubilização. A partir da solução mãe foi preparada a solução 1 (0,5%), a solução 2 (0,25%) e a solução 3 (0,02%) de etanol/EEP. Todas as soluções foram mantidas em frascos protegidos de luz, 8 °C, até seu uso.

### **Preparo dos adesivos**

Nesse estudo foi utilizado um adesivo experimental (AE) de dois passos, à base de metacrilatos, produzido a partir da mistura dos monômeros hidroxietilmetacrilato (HEMA) e 2,2-bis[4-(2-hidroxi-3-metacriloxipropoxi)fenil]-propano (BisGMA) 40/60 (m/m) e um sistema fotoiniciador de três componentes (canforoquinona (0.5%, m/m), etil (4-dimetilamino)benzoato (0.5%, m/m) e difeniliodonio hexafluorofosfato (1.0%, m/m). O EEP dissolvido em etanol foi incorporado ao AE e ao adesivo comercial Single Bond Universal (SB) (3M/ESPE, St. Paul, MN, USA) na razão de 24µl/230mg e 25µl/240mg, respectivamente, para se obter adesivos com PV nas seguintes concentrações 20µg/mL, 250µg/mL e 500µg/mL. Adesivos sem própolis foram usados como controle.

### **Preparo dos dentes**

Dezesseis terceiros molares humanos, permanentes, hígidos receberam dois cortes transversais para remoção do esmalte oclusal e separação dos 2/3 apicais da raiz, obtendo-se um fragmento dental com dentina coronal remanescente de, no mínimo, 2,0 mm  $\pm$  0,1 mm de espessura. A dentina exposta foi polida com lixa de carbeto de silício, granulação 180, durante 30 s para criar uma smear layer padrão no substrato. Posteriormente os fragmentos dentais foram lavados em cuba ultrassônica com água destilada por 8 minutos e distribuídos em grupos (n=2) de acordo com o sistema adesivo utilizado: G1: Adesivo SB com própolis 20µg/mL (SBPV20); G2: Adesivo SB com própolis 250µg/mL

(SBPV250); G3: Adesivo SB com própolis 500 $\mu$ g/mL (SBPV500); G4: Adesivo SB sem própolis (Controle); G6: Adesivo experimental com 20 $\mu$ g/mL de própolis (AEPV20); G6: Adesivo experimental com 250 $\mu$ g/mL de própolis (AEPV250); G7: Adesivo experimental com 500 $\mu$ g/mL de própolis (AEPV500); G8: AE sem própolis (Controle).

### **Procedimento adesivo**

Cada fragmento dental foi fixado com cola de cianoacrilato em um dispositivo de simulação pulpar, adaptado de Alamoudi et al. (2018)<sup>10</sup> que consistia de uma placa de polipropileno (2 x 2 x 0,5 cm) perfurada por um tubo metálico de 18 Gauges de diâmetro, com uma extremidade conectada ao dispositivo de simulação de pressão hidráulica por um tubo de silicone de 1 mm de diâmetro interno, preso a um reservatório de água destilada posicionado 15 cm acima da superfície de dentina. A outra extremidade estava inserida na câmara pulpar. Antes de iniciar o procedimento adesivo, o dispositivo foi acionado permitindo o fluxo de água através da dentina durante cinco minutos.

Com o dispositivo simulador da pressão pulpar acionado, removeu-se o excesso de água com o papel filtro e a dentina foi condicionada com ácido fosfórico 37% (Condac 37, FGM, Curitiba, Brasil) por 15 segundos, lavada com água e seca com papel filtro antes de receber o adesivo. Foram aplicadas, de forma ativa, duas camadas de adesivo sobre a dentina condicionada, cada camada depois de aplicada recebeu um leve jato de ar por 5 s antes de ser fotoativada por 10 s (LED - Emitter B; Schuster Com. Equip. Odontológicos Ltda., Santa Maria, RS, Brasil) com 1150 mW/cm<sup>2</sup> de potência, medida com radiômetro específico (L.E.D. Radiometer, Demetron/Kerr, Danbury, CT, USA).

### **Moldagem e obtenção das réplicas**

Três minutos depois da fotoativação, a camada de adesivo não polimerizada devido à inibição por oxigênio foi removida com uma gaze umedecida em água, e réplicas positivas em resina epóxi foram fabricadas a partir de moldagem com polivinilsiloxano (Panasil X-light. Ultradent Products Inc., South Jordan, UT, USA), para copiar a transudação de água a partir da camada híbrida da dentina. Toda a superfície do dente foi coberta com material de moldagem que permaneceu por 4 minutos e depois o molde foi removido. O molde foi preenchido com resina epóxi e após 24h obteve-se as réplicas para estudo.

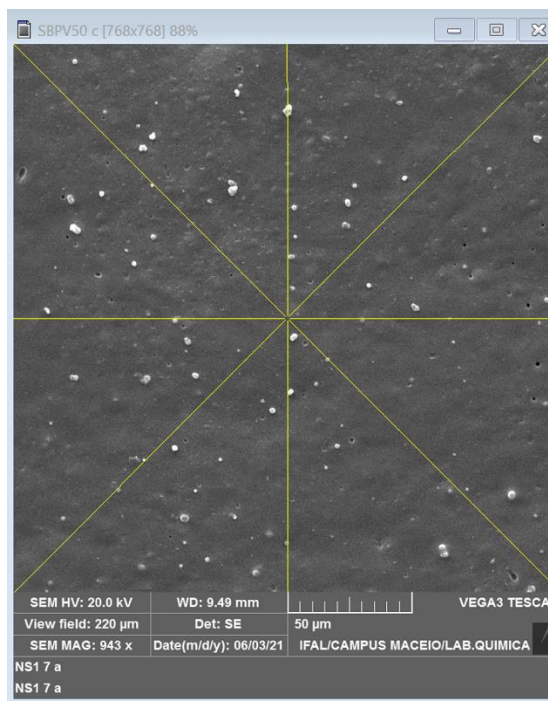
## **Preparo para microscopia eletrônica de varredura**

As réplicas de resina epóxi foram metalizadas com ouro e examinadas em microscópio eletrônico de varredura (Model 5400, JEOL, Tokyo, Japan) a 5–10 kV. Micrografias foram obtidas em vários aumentos.

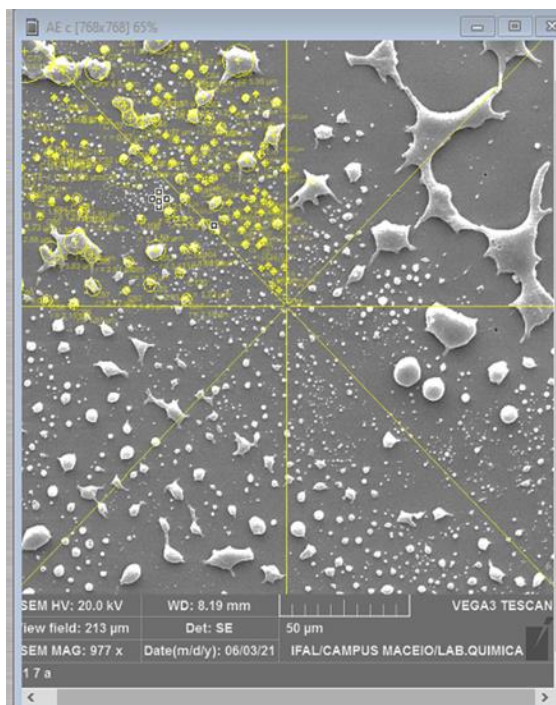
## **Análise da quantidade de água na superfície da camada híbrida**

Para minimizar a subjetividade, seis imagens representativas de cada réplica foram analisadas por dois examinadores independentes, treinados e cegos quanto aos tratamentos utilizados. O número e a área das formações esféricas, que correspondem às gotículas de água, que se acumularam na superfície durante o tempo de 3 min, foram avaliados com auxílio do *software* VEGA TC, v.3 (TESCAN do Brasil Instrumentos Científicos Ltda. São Bernardo do Campo, BR). A primeira avaliação foi feita calculando-se a área ( $\mu\text{m}^2$ ) das gotículas de água identificadas na superfície dentinária de cada imagem, com auxílio de um *software* VEGA TC (Figuras 1 e 2).

A segunda avaliação consistiu na divisão da imagem em oito partes iguais e contagem das gotículas de água formadas. O percentual da permeação de água (%PA) através dos túbulos dentinários e formação de gotículas na superfície da dentina foi estimado como:  $\%PA = (\text{Total de gotículas do grupo experimental} \times 100) / \text{total de gotículas do grupo controle}$ .



**Figura 1** – Imagem com a marcação para contagem das gotículas de água na superfície da dentina



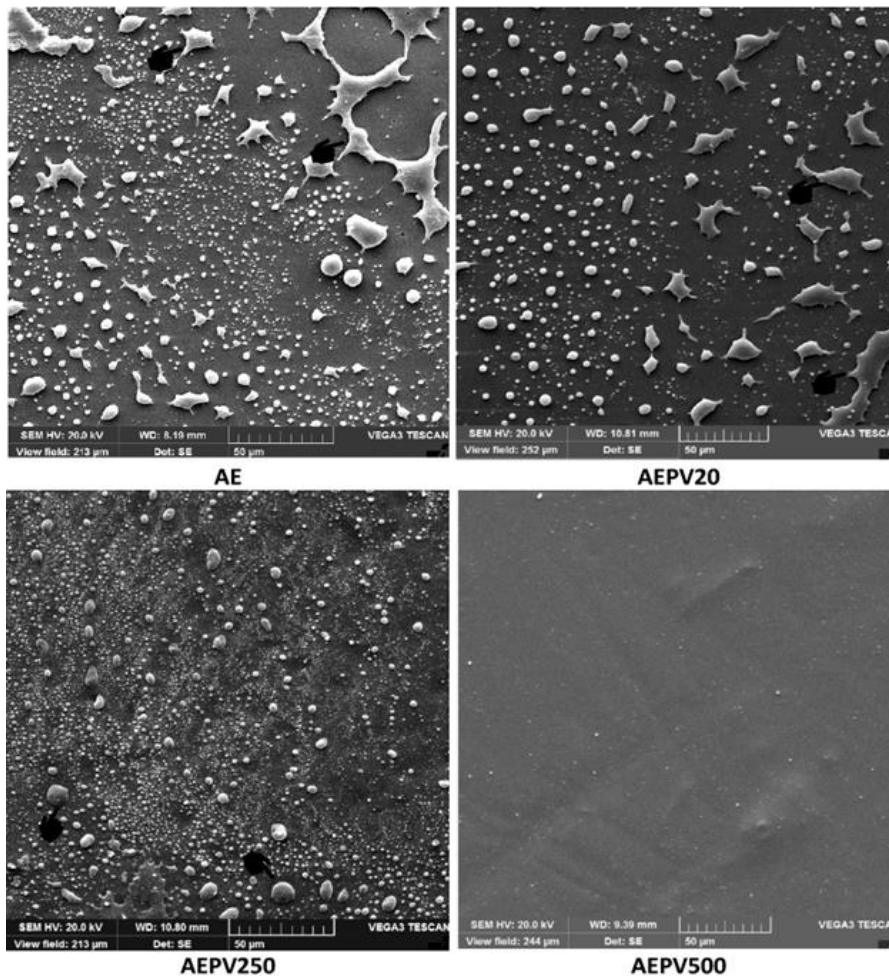
**Figura 2** - Uso do software VEGA TC para cálculo da área das gotículas de água na superfície da dentina

### Análise estatística

Os dados foram analisados com ANOVA um fator e complementado pelo teste de Tukey para comparação dos pares, utilizando-se o programa Statistical Package for Social Sciences (SPSS) versão 26 ( $\alpha = 0,05$ ).

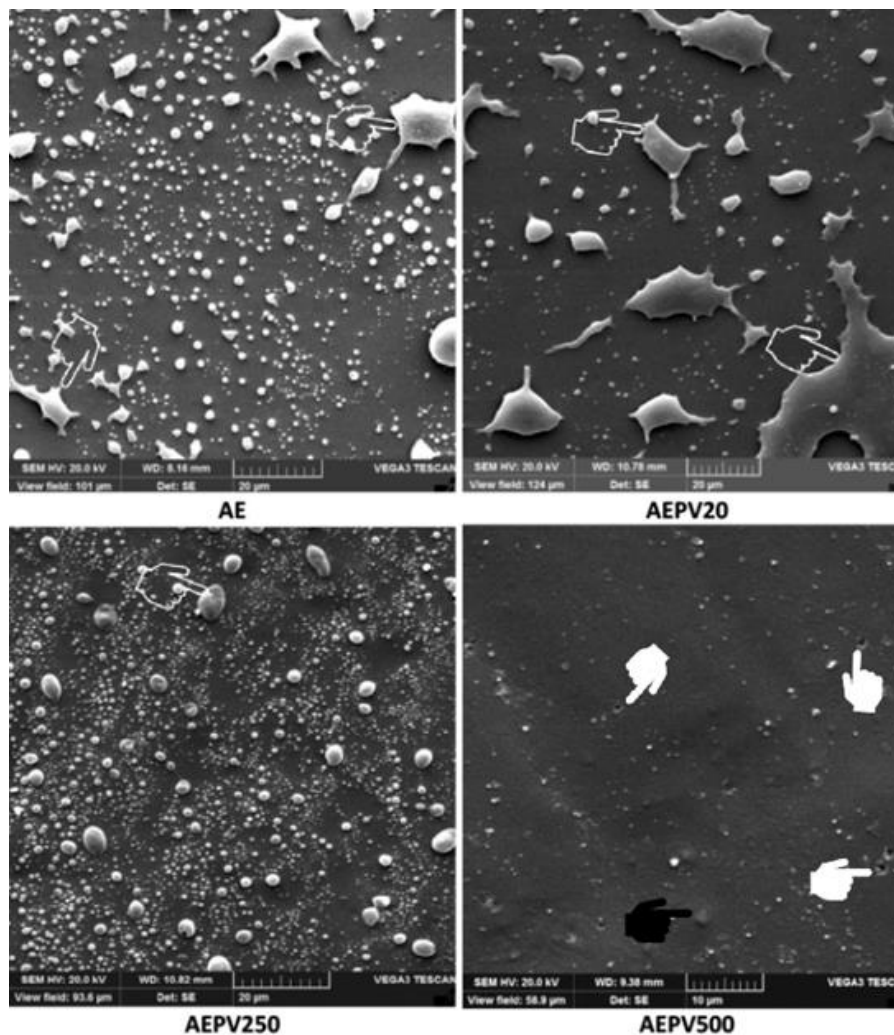
### 3. RESULTADOS

O adesivo experimental formou uma camada permeável após três minutos de sua polimerização (Figuras 3 e 4). O Gráfico 1 mostra que a adição de própolis vermelha ao adesivo experimental nas concentrações de 20  $\mu\text{g/mL}$  ( $14,32 \pm 4,70$ ), 250  $\mu\text{g/mL}$  ( $10,55 \pm 3,28$ ) e 500  $\mu\text{g/mL}$  ( $8,08 \pm 2,54$ ) reduziu significativamente a água na superfície da dentina hibridizada, comparando-se ao adesivo experimental sem própolis ( $23,74 \pm 6,36$ ). Dentre as concentrações de própolis testadas, o adesivo experimental com 500  $\mu\text{g/mL}$  de própolis vermelha apresentou o melhor selamento da dentina ( $p=0,000$ ).

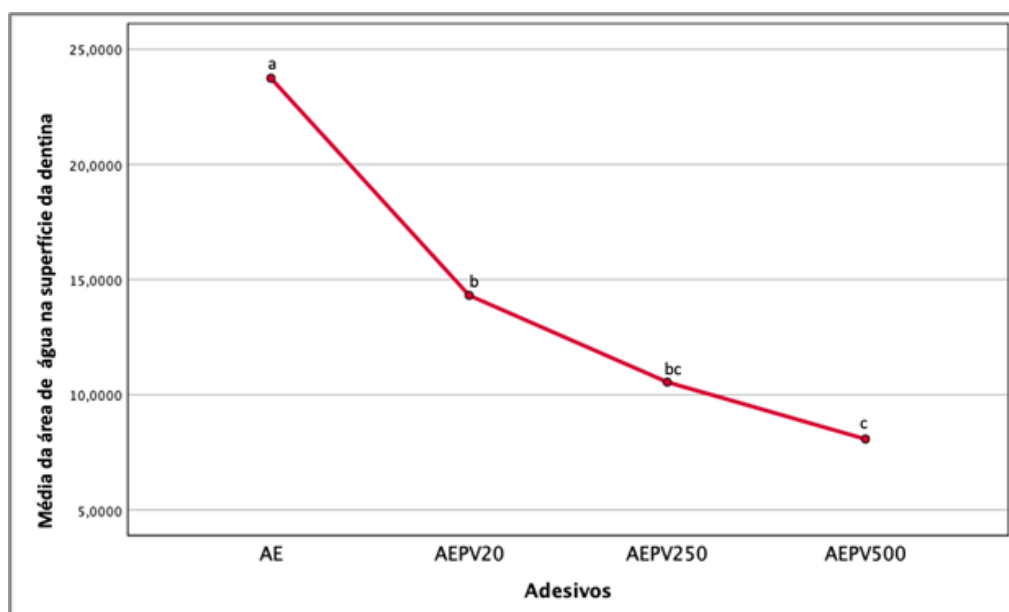


**Figura 3** – Micrografias da superfície da dentina hibridizada com adesivo experimental, com (AEPV) e sem própolis (AE). Notar que, após três minutos da aplicação dos adesivos com própolis nas concentrações de 20  $\mu\text{g/mL}$  e 250  $\mu\text{g/mL}$  e adesivo sem própolis, houve intensa permeação de água através da camada híbrida. Nos três grupos registrou-se a presença de bolhas de água coalescentes (indicação em preto). O adesivo contendo 500  $\mu\text{g/mL}$  de própolis promoveu o melhor selamento da dentina ( $p=0,000$ ). AE: Adesivo experimental sem própolis (Controle); AEPV20: Adesivo experimental com 20 $\mu\text{g/mL}$  de própolis; AEPV250: Adesivo experimental com 250  $\mu\text{g/mL}$  de própolis; AEPV500: Adesivo experimental com 500  $\mu\text{g/mL}$  de própolis.



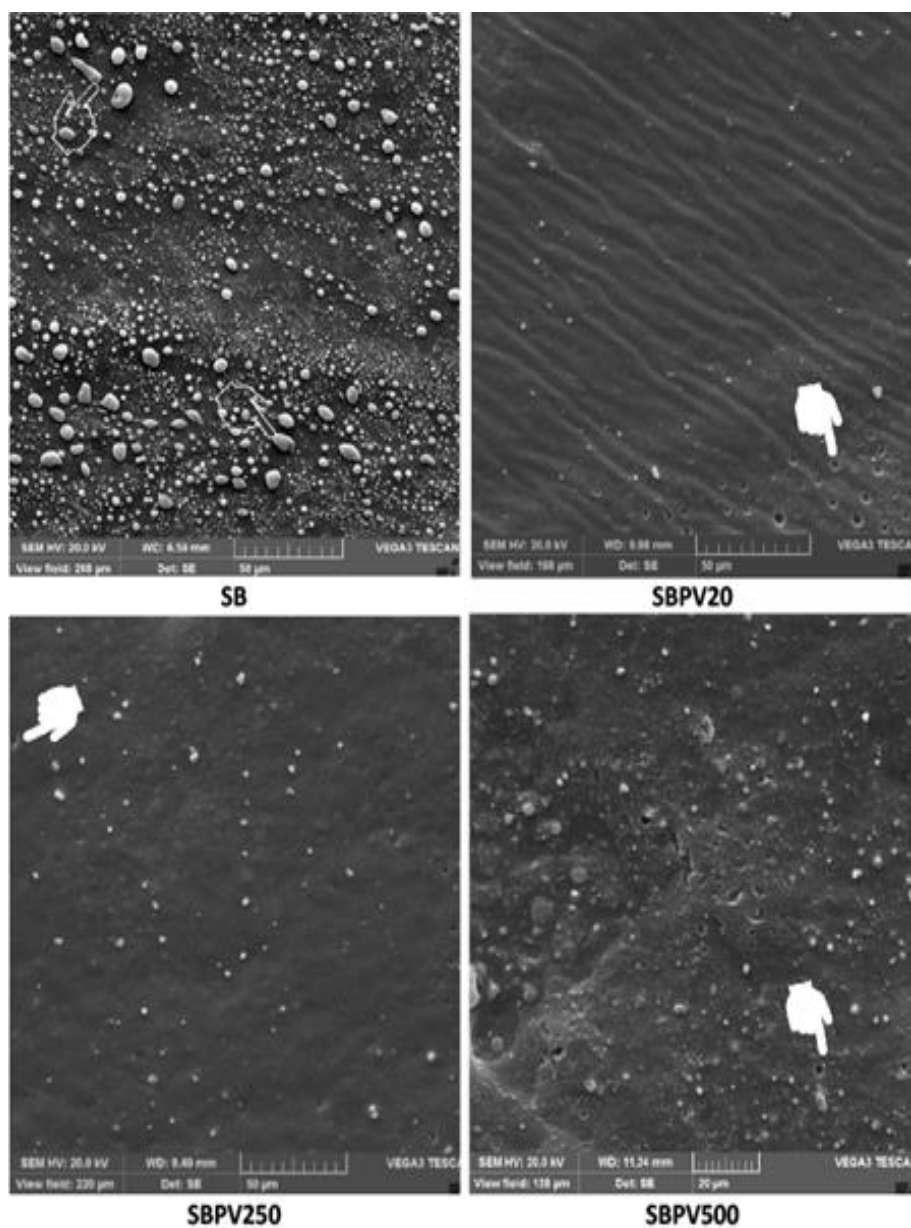


**Figura 4** – Imagens, em maior ampliação, da superfície da dentina hibridizada com adesivo experimental com (AEPV) e sem própolis (AE). É possível notar além de áreas de coalescência de bolhas de água (apontado em branco vazado), pequenas depressões na embocadura dos túbulos dentinários obliterados com adesivo (apontado em branco) e suaves elevações, possivelmente indicando a pressão da água sobre a camada de adesivo no interior do túbulo dentinário (apontado em preto). AE: Adesivo experimental sem própolis (Controle); AEPV20: Adesivo experimental com 20 μg/mL de própolis; AEPV250: Adesivo experimental com 250 μg/mL de própolis; AEPV500: Adesivo experimental com 500 μg/mL de própolis.

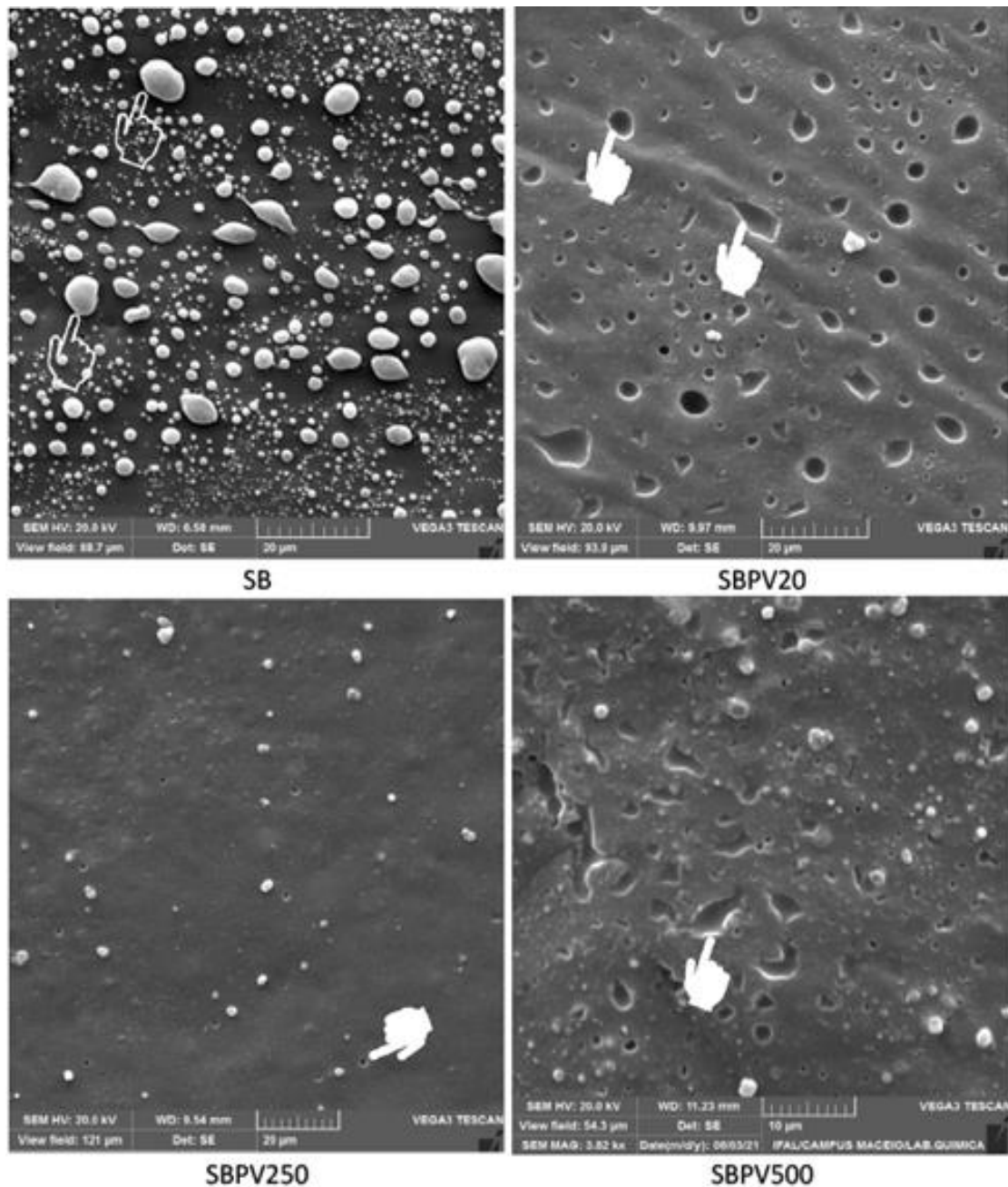


**Gráfico 1** – Área média da água na superfície de dentina ( $\mu\text{m}^2$ ) da camada híbrida formada com o adesivo experimental. Letras diferentes indicam diferença significativa ( $p < 0,05$ ). AE: Adesivo experimental sem própolis (Controle); AEPV20: Adesivo experimental com  $20\mu\text{g/mL}$  de própolis; AEPV250: Adesivo experimental com  $250\mu\text{g/mL}$  de própolis; AEPV500: Adesivo experimental com  $500\mu\text{g/mL}$  de própolis.

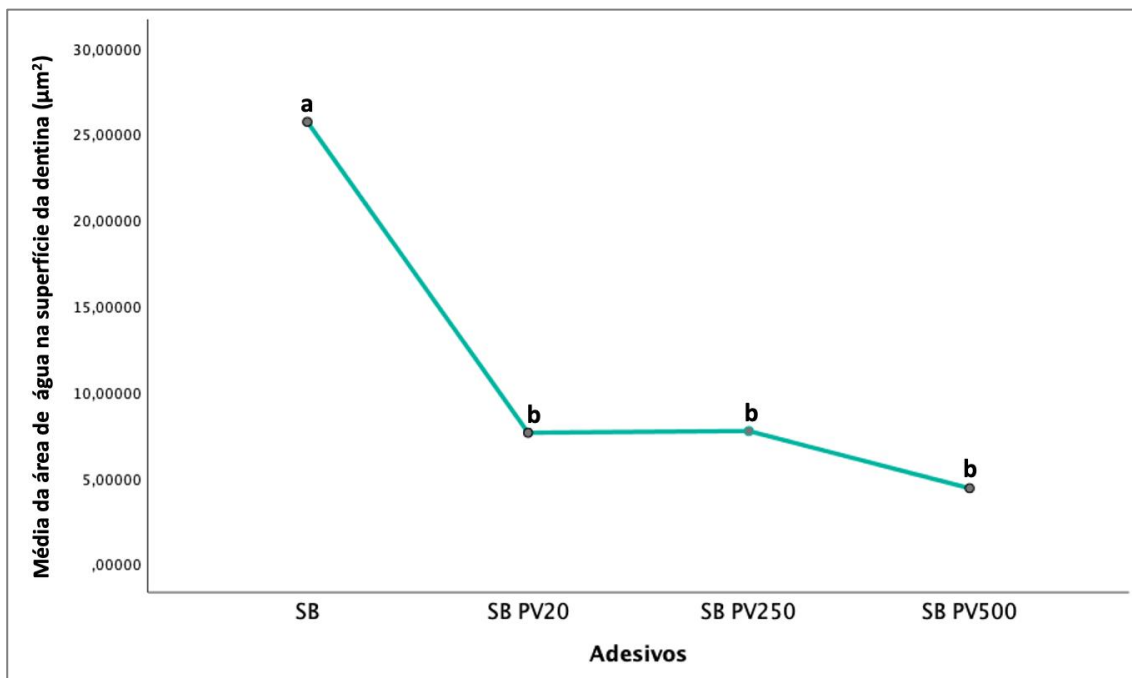
A aplicação do adesivo comercial Single Bond Universal (SB) na dentina condicionada, sob pressão pulpar simulada, formou uma camada híbrida permeável à água (Figura 5). O Gráfico 2 mostra que a mistura de própolis vermelha ao adesivo comercial nas concentrações de  $20\mu\text{g/mL}$  ( $7,62 \pm 1,85$ ),  $250\mu\text{g/mL}$  ( $7,72 \pm 2,50$ ) e  $500\mu\text{g/mL}$  ( $4,40 \pm 1,36$ ) reduziu significativamente a passagem de água através da dentina hibridizada ( $p \leq 0,05$ ), comparado ao controle ( $25,70 \pm 5,55$ ). Na Figura 6 é possível observar em maior ampliação a superfície da dentina três minutos depois da aplicação dos adesivos.



**Figura 5** – Imagens de microscopia eletrônica de varredura da superfície da dentina hibridizada com adesivo Single Bond com (SBPV) e sem própolis (SB). Nota-se significativa redução na permeabilidade da camada híbrida nos adesivos com própolis, poucas bolhas de água e alguns túbulos dentinários fechados pelo adesivo (apontado em branco). No adesivo sem própolis uma grande quantidade de bolhas de água pode ser vista, algumas foram unidas formando unidades de maior tamanho (apontado em branco vazado). SB: Adesivo Single Bond sem própolis (Controle); SBPV20: Adesivo Single Bond com 20 µg/mL de própolis; SBPV250: Adesivo Single Bond com 250 µg/mL de própolis; SBPV500: Adesivo Single Bond com 500 µg/mL de própolis.



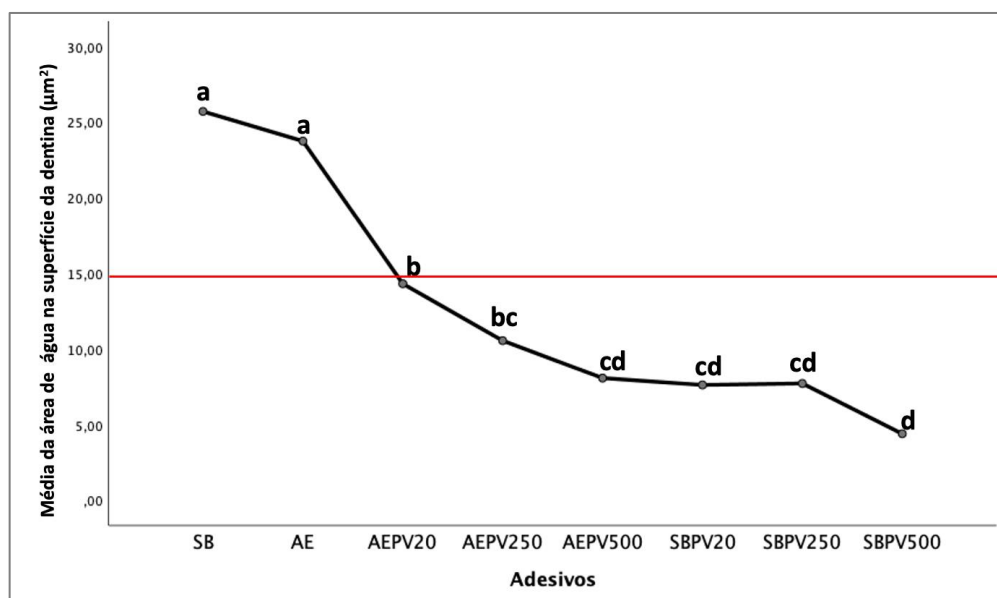
**Figura 6** – Imagens em maior aumento confirmam o melhor selamento da dentina com os adesivos contendo própolis (apontado em branco). No grupo controle, adesivo sem própolis, muitas bolhas de água afloraram na superfície e algumas uniram-se formando bolhas maiores (apontado em branco vazado). SB: Adesivo Single Bond sem própolis (Controle); SBPV20: Adesivo Single Bond com 20 µg/mL de própolis; SBPV250: Adesivo Single Bond com 250 µg/mL de própolis; SBPV500: Adesivo Single Bond com 500 µg/mL de própolis.



**Gráfico 2** – Área média da água na superfície de dentina ( $\mu\text{m}^2$ ) por adesivo testado. Letras diferentes indicam diferença significativa ( $p < 0,05$ ). SB: Adesivo Single Bond sem própolis (Controle); SBPV20: Adesivo Single Bond com 20  $\mu\text{g/mL}$  de própolis; SBPV250: Adesivo Single Bond com 250  $\mu\text{g/mL}$  de própolis; SBPV500: Adesivo Single Bond com 500  $\mu\text{g/mL}$  de própolis.

O Gráfico 3 resume o desempenho dos adesivos, experimental e comercial, com e sem própolis. Todos os adesivos com própolis reduziram significativamente a permeação da água através da dentina hibridizada ( $p \leq 0,05$ ), comparados aos grupos controles (adesivos sem própolis). O adesivo comercial SB foi mais efetivo do que o adesivo experimental usado nesse estudo.

Os resultados do percentual de permeação de água (%PA) para a superfície da dentina evidenciaram a efetividade dos adesivos com própolis vermelha de Alagoas em reduzir a passagem da água pela dentina hibridizada, e estão descritos na Tabela 1.



**Gráfico 3** – Habilidade dos adesivos em reduzir a permeação de água através da camada híbrida ( $\mu\text{m}^2$ ). Os adesivos com própolis apresentaram melhor desempenho do que os controles, reduziram em mais de 50% a água na superfície da dentina. O adesivo comercial SB foi mais efetivo do que o adesivo experimental. Letras diferentes indicam diferença significativa ( $p < 0,05$ ). AE: Adesivo experimental sem própolis (Controle); AEPV20: Adesivo experimental com 20 $\mu\text{g/mL}$  de própolis; AEPV250: Adesivo experimental com 250 $\mu\text{g/mL}$  de própolis; AEPV500: Adesivo experimental com 500 $\mu\text{g/mL}$  de própolis. SB: Adesivo Single Bond sem própolis (Controle); SBPV20: Adesivo Single Bond com 20  $\mu\text{g/mL}$  de própolis; SBPV250: Adesivo Single Bond com 250  $\mu\text{g/mL}$  de própolis; SBPV500: Adesivo Single Bond com 500  $\mu\text{g/mL}$  de própolis.

**Tabela 1** - Percentual de permeação de água (%PA) para a superfície da dentina hibridizada por adesivo testado

Adesivo	Percentual de permeação de água na superfície da dentina (%)
AE	100
AE PV20	40,70
AE PV250	21,69
AE PV500	1,52
SB	100
SB PV20	9,52
SB PV250	9,95
SB PV 500	6,06

#### 4. DISCUSSÃO

Nesse estudo ficou demonstrado que a adição de própolis vermelha de Alagoas a adesivos dentinários simplificados à base de metacrilatos formou uma camada híbrida mais resistente à passagem de água e, conseqüentemente, melhorando o selamento da dentina hibridizada.

O extrato da própolis vermelha de alagoas foi escolhido para ser incorporado ao a adesivo dentinário, devido suas propriedades biológicas. Por ser um material com baixa solubilidade e possuir uma grande quantidade de flavonoides, entre eles a quercetina. Os polifenóis possuem a capacidade de estabilizar a cadeia de colágeno e, conseqüentemente, promover um aumento das ligações cruzadas das fibrilas, assim reduzem a biodegradação do colágeno, neutralizando os efeitos das metaloproteinases.<sup>8</sup> Tais resultados são altamente desejados na prática clínica. Pois, sabe-se que uma adesão ideal aos tecidos dentais duros é imprescindível para o sucesso dos procedimentos adesivos e conseqüentemente para o êxito das restaurações em resina composta.

Do ponto de vista clínico, a difusão de fluido dentinário através do adesivo pode permitir a circulação de água e íons pequenos na dentina selada com adesivo. E é possível também que moléculas grandes, como glicose, produtos bacterianos ou enzimas hidrolíticas, possam permear de fora, através do adesivo e dentina, para a polpa. Além disso, gotículas de água na superfície de um adesivo pode impedir uma adequada polimerização da resina. Em tais situações, ocorre com a resina hidrofóbica o que chamamos em química de polimerização em emulsão. A resina forma uma emulsão na presença de água (tipo óleo em água), que resulta no aspecto de várias esferas de resina ao longo da interface adesiva, em vez de um filme contínuo de resina polimerizada. Isso pode causar baixa resistência de união e maior ocorrências de falhas nas restaurações.<sup>9</sup>

Dentre os produtos naturais com indicação terapêutica, a própolis se destaca pela diversidade de propriedades farmacêuticas que apresenta. É uma substância resinosa, produzida por abelhas *Apis mellifera* a partir de brotos de plantas, serve como uma barreira natural para proteger a colmeia de parasitas, bactérias e vírus invasores.<sup>11</sup> A própolis vermelha de Alagoas, de coloração vermelha intensa, tem como origem botânica uma leguminosa denominada *Dalbergia ecastophillum*, encontrada em abundância nos mangues alagoanos, e em sua composição encontraram-se moléculas exclusivas (elemicina, isoelomicina, metil isoeugenol, metil eugenol), diferenciando-a de outros tipos de própolis produzidos no país.<sup>12-17</sup> Um estudo prévio mostrou que a própolis vermelha

de Alagoas é capaz de manter os túbulos dentinários obliterados mais eficientemente do que fosfosilicato de sódio e cálcio (Novamin) e carbonato de arginina-cálcio (ACC), após o desafio com ácido cítrico (pH 2,0) (CHEN et al. 2015).<sup>16</sup>

Muitos estudos indicaram que a própolis pode tratar e controlar a cárie, além de acelerar a cicatrização dos tecidos orais e reduzir a inflamação pulpar sem efeitos colaterais importantes, e não há contraindicação para ser usado em humanos, exceto em casos de hipersensibilidade. A própolis previne a formação de estruturas orgânicas insolúveis em água, necessárias aos estreptococos cariogênicos para aderir à estrutura dentária, também aumenta a microdureza da superfície do esmalte e tem um efeito notável na hipersensibilidade dentinária. A investigação das suas propriedades para as condições bucais indicou que ela tem ação anti-inflamatória e estimula a formação de dentina reparadora, que pode reduzir a permeabilidade dentinária pela formação de dentina e pela obliteração mecânica dos túbulos dentinários.<sup>18-21</sup>

Os resultados dessa pesquisa revelaram diferenças significativas entre os adesivos com própolis e os adesivos sem própolis (AE e SB). Notou-se que todos os adesivos com própolis apresentaram menor quantidade de água na superfície hibridizada. No entanto, comparando-se o adesivo experimental e o adesivo comercial utilizados, notou-se melhor desempenho desse último. A presença de nanopartículas de sílica no adesivo Single Bond Universal, que ao penetrarem nos túbulos junto com a porção fluida do adesivo auxiliam mecanicamente na obliteração dos túbulos dentinários, possivelmente contribuiu para mais baixas quantidade de água que ultrapassou a dentina em direção à superfície. Possivelmente a interação entre os componentes do adesivo Single Bond e os compostos presentes na própolis vermelha utilizada, sejam os responsáveis por esse efeito.

A espessura média da dentina remanescente utilizada nesse estudo foi de  $2,44 \pm 0,1$  mm, o que na prática corresponde a uma cavidade de profundidade média, com sua intrínseca permeabilidade representada pelo tecido tubular que se estende até o complexo dentino-pulpar, e que deve ser vista cuidadosamente durante todo o procedimento, pois a aplicação de adesivos simplificados forma uma camada híbrida por onde fluidos podem passar. Foi visto nesse estudo, que mesmo uma boa espessura de remanescente dentinário não é suficiente para bloquear de forma efetiva a passagem de água na camada híbrida formada.

O número e o diâmetro dos túbulos dentinários aumentam com a profundidade, ou seja, à medida que se aproximam da polpa. Na dentina superficial, 96% da área é ocupada pela dentina intertubular, 3% pela dentina peritubular e apenas 1% pelo fluido



dentinário. Próximo à polpa tal situação se inverte, visto que a dentina peritubular passa a ocupar 66% dessa área, a dentina intertubular 12% e o fluido dentinário 22%. Esse fato faz com que a permeabilidade dentinária seja maior junto à polpa, e diferenças na composição e morfologia entre a dentina superficial e a profunda influenciam diretamente no comportamento e nas propriedades mecânicas da dentina diante dos agentes químicos e físicos aos quais ela é submetida.<sup>21</sup>

Mesmo em dentinas da porção média da coroa, como a que foi utilizada nesse estudo, é necessária muita atenção do profissional para que aplique imediatamente a camada hidrofóbica de resina sobre a dentina que recebeu o adesivo para impedir a presença de fluidos na superfície.

Concordamos com Abreu et al. (2005)<sup>3</sup> e Mandarino (2003)<sup>4</sup> quando afirmam que, a aplicação imediata de um agente de união à dentina após o preparo do dente proporciona vantagens em relação à microinfiltração, à penetração bacteriana, à hipersensibilidade e à qualidade da união, uma vez que diminui a sensibilidade e os riscos de contaminação, e aumenta a resistência das forças de adesão entre a restauração e a estrutura dentinária.

A pressão pulpar varia com diferentes situações clínicas e fisiológicas e condiciona a permeabilidade dentinária, que é quantificada pelo movimento de fluido através da dentina. A permeabilidade, por sua vez, sofre alterações conforme o grupo etário, processos patológicos como a cárie, área de superfície de difusão dentinária (resultado do número e diâmetro dos túbulos), espessura da dentina, temperatura e proximidade da polpa.<sup>23-22</sup> Com o aumento da profundidade da cavidade, ocorre variação na quantidade de túbulos, aumentando a umidade superficial da dentina e tornando crítica a ação dos primers. Em estudo anterior, foi mostrado que a resistência adesiva à dentina superficial é significativamente maior do que em dentina profunda.<sup>24</sup>

A durabilidade da união à dentina depende da penetração efetiva dos monômeros na rede de colágeno; uma penetração insuficiente resulta em fibrilas expostas, que podem servir de sítio para início do processo de degradação da interface adesiva. Nesse intuito, a presença de umidade na dentina após o condicionamento ácido é essencial, pois mantém as fibrilas expandidas, impedindo seu colapso, e possibilita a infiltração dos monômeros nos espaços interfibrilares, resultando na formação da camada híbrida. Porém, o excesso de água na dentina pode afetar negativamente o processo adesivo, promovendo separação entre as fases hidrófobas e hidrófilas dos componentes monoméricos do sistema adesivo. Como consequência, formações globulares podem se acumular na interface resina/dentina, enfraquecendo a união e resultando num selamento incompleto dos

túbulos dentinários. O excesso de água também compete com os monômeros por espaços interfibrilares, resultando em incompleta infiltração e podendo comprometer a integridade estrutural da camada híbrida.<sup>25</sup> A água também impede a adequada polimerização do adesivo, monômeros não reagidos aumentam a citotoxicidade e a permeabilidade da camada híbrida.<sup>26,27</sup>

A própolis mostrou, nesse estudo *in vitro* e com condições controladas, que adicionada a adesivos dentinários experimental e comercial, tem potencial para aumentar o selamento dentinário de modo concentração dependente. Estudos *in vivo* que reproduzam as reais condições de uso clínico desses materiais devem ser realizados para consolidar esses resultados. A própolis tem se mostrado um promissor componente bioativo em produtos odontológicos. Embora tenha havido um avanço significativo nas aplicações da própolis na Odontologia, a área de produtos odontológicos ainda está em crescimento, com isso é importante estimular a inovação e o desenvolvimento de novos produtos que incorporem a própolis a partir do conhecimento de sua composição e suas propriedades biológicas e terapêuticas.

## 5. CONCLUSÃO

A própolis vermelha de Alagoas, adicionada a um adesivo experimental e ao adesivo comercial utilizados nesse estudo, favoreceu o melhor selamento da dentina condicionada com ácido, reduzindo a permeabilidade dentinária na superfície adesiva.

## 6. REFERÊNCIAS

- 1- Alex G. Universal Adhesives: The Next Evolution in Adhesive Dentistry? Compendium of continuing Education in Dentistry. 2015;36:15-26.
- 2- Arinell AMD, et al. Sistemas adesivos atuais. Revista Brasileira de Odontologia. 2016;73:242-246
- 3- Abreu, EGF, et al. Sistemas adesivos Autocondicionantes: uma revisão de literatura. International Journal of Dentistry. 2005;4:66-71.
- 4- Mandarino F. Adesivos odontológicos. Universidade de São Paulo (USP-FORP). Disponível em: <http://www.forp.usp.br/restauradora/dentistica/temas/adesivos/adesivos.htm>. São Paulo, 2003

- 5- Santos ACR, Mendes, TO. *Sistemas Adesivos Resinosos: uma revisão de literatura*. Minas Gerais: Uberaba, 2018
- 6- Silva EOS, et al. *Sistemas adesivos: conceito, aplicação e efetividade*. *Arq. Ciênc. Saúde UNIPAR*, 2010;14:81-87
- 7- Abbasi et al. *Applications of Propolis in Dentistry: A Review*. 2018;28:505-512.
- 8- Porto ICCM, et al. *Polyphenols and Brazilian red propolis incorporated into a total-etching adhesive system help in maintaining bonding durability*. *Heliyon*. 2021;7:e06237.
- 9- Tay, FR, Pashley DH. *Have dentin adhesives become too hydrophilic?* *Journal of Canadian Dentistry Association* 2003;69:726–31.
- 10- Alamoudi NM, Baik AM, El-Housseiny AA, Abu Haimed TS, Bakry AS. *Influence of povidone-iodine on micro-tensile bonding strength to dentin under simulated pulpal pressure*. *BMC Oral Health*. 2018;18(1):178. Published 2018 Oct 29. doi:10.1186/s12903-018-0645-9
- 11- Tilburt CJ, Kaptchuk TJ. *Herbal medicine research and global health: an ethical analysis*. *Bull World Health Organ*. 2008;86(8):594-599
- 12- Dausch A, Fort P, Park YK. *Brazilian red propolis—chemical composition and botanical origin*. *Evid Based Complement Alternat Med*. 2008;5:435-441.
- 13- Simões CC, Araújo DB, Araújo RPC. *Estudo in vitro e ex vivo da ação de diferentes concentrações de extratos de própolis frente aos microrganismos presentes na saliva de humanos*. *Ver Bras Farmacognosia*. 2008;18:84-89.
- 14- Park YK, Alencar SM, Scamparini ARP, et al. *Própolis produzida no sul do Brasil, Argentina e Uruguai: Evidências fitoquímicas de sua origem vegetal*. *Rev Ciên Rural*. 2002;2:997-1003.
- 15- Trusheva B. *Bioactive constituents of Brazilian red propolis*. Oxford University Press. 2006;3:249-254.
- 16- Chen CL, Parolia A, Pau A, Celerino de Moraes Porto IC. *Comparative evaluation of the effectiveness of desensitizing agents in dentine tubule occlusion using scanning electron microscopy*. *Aust Dent J*. 2015;60(1):65-72. doi:10.1111/adj.12275
- 17- Silva BB. *Caracterização da própolis vermelha: sua origem botânica e o efeito sazonal sobre sua composição química e atividade biológica*. Dissertação de Mestrado em Odontologia da Faculdade de Odontologia de Piracicaba da UNICAMP-SP, 2008.

- 18- Almeida DC, Alves DCB, Júnior IJJ Mendonça SMS. Própolis na odontologia: uma abordagem de suas diversas aplicabilidades clínicas. *Revista Fluminense de Odontologia*. 2016; 46: 5-12.
- 19- Hongal S, Torwane NA, Goel P, Chandrashekar B. The effect of 30% ethanolic extract of Indian propolis on replica of human dentin compared against commercially available desensitizing agent: A methodological SEM study in vitro. *Pharmacognosy Res*. 2014;6(2):113-119. doi:10.4103/0974-8490.129026
- 20- Matinlinna JP, Lung CYK, Tsoi JKH. Silane adhesion mechanism in dental applications and surface treatments: A review. *Dent Mater*. 2018;34(1):13-28. doi:10.1016/j.dental.2017.09.002
- 21- Chen CL, Parolia A, Pau A, et al. Comparative evaluation of the effectiveness of desensitizing agents in dentine tubule occlusion using scanning electron microscopy. *Aust Dent J*. 2015;60(1):65-72.
- 22- Garcia RN, Schaible BR, Lohbauer U, Frankenberger R. Resistência de união de sistemas adesivos autocondicionantes em dentina profunda. *RBO*. 2008; 5(3):41-47.
- 23- Rodrigues S, Oliveira N, Chasqueira F, Portugal J, Oliveira SA. Dentin permeability and morphology of the adhesive interface of different adhesive systems. *Rev port estomatol med dent cir maxilofac* . 2015;5 6(1):42–50.
- 24- Cecchin D, Farina AP, Spazzin AO, Galafassi D, Barbizam JVB, Júnior BC. Influência da profundidade dentinária na resistência à microtração de sistemas adesivos de condicionamento ácido total e autocondicionante. *Rev. odonto ciênc*. 2008;23(2):150-155.
- 25- Spazzin AO, Carlini Júnior B, Moraes RR, Mesquita MF. Bonding to wet and dry dentin: microtensile bond strength and marginal leakage. *Rev Odontol UNESP*. 2008; 37(1): 91-96.
- 26- Geurtsen W, Lehmann F, Spahl W, Leyhausen G. Cytotoxicity of 35 dental resin composite monomers/additives in permanent 3T3 and three human primary fibroblast cultures. *J Biomed Mater Res* 1998; 41(3): 474-80. 7.
- 27- Durner J, Wellner P, Hickel R, Reichl FX. Synergistic interaction caused to human gingival fibroblasts from dental monomers. *Dent Mater* 2012; 28(8): 818-23.

## APÊNDICES

---

## APÊNDICE A – APROVAÇÃO DO COMITÊ DE ÉTICA EM PESQUISA COM HUMANOS DA UNIVERSIDADE FEDERAL DE ALAGOAS

UNIVERSIDADE FEDERAL DE  
ALAGOAS



### PARECER CONSUBSTANCIADO DO CEP

#### DADOS DO PROJETO DE PESQUISA

**Título da Pesquisa:** EFEITO DA INCORPORAÇÃO DE NANOPARTÍCULAS DE PRATA BIOSINTETIZADAS COM PRÓPOLIS VERMELHA DE ALAGOAS EM MATERIAL

**Pesquisador:** Teresa de Lisieux Guedes Ferreira Lôbo

**Área Temática:**

**Versão:** 2

**CAAE:** 18101219.6.0000.5013

**Instituição Proponente:** Escola de Enfermagem e Farmácia da UFAL

**Patrocinador Principal:** Financiamento Próprio

#### DADOS DO PARECER

**Número do Parecer:** 3.606.144

#### Apresentação do Projeto:

Nos últimos anos, as nanopartículas metálicas têm sido destacadas como agentes promissores com propriedades antibacterianas, que exibem atividades biocidas a concentrações excepcionalmente baixas. A própolis é produzida por abelhas, e possui diversas características comprovadas, dentre elas: antimicrobiana, anti-inflamatória, antioxidante, antiviral, anti-fúngica, anticancerígena. A síntese biogênica, que utiliza produtos naturais, como a própolis, se apresenta como uma alternativa à redução da toxicidade das NPsAg. Nesse contexto podemos surgir a aplicação desta em materiais odontológicos. Assim, o objetivo desta pesquisa é produzir e avaliar a eficácia antibacteriana de uma pasta de Ca(OH)<sub>2</sub> combinada com NPsAg-PVA frente ao *Enterococcus faecalis*, e produzir e caracterizar um sistema adesivo dentinário com NPsAg-PVA, avaliar o grau de conversão, atividade antioxidante e resistência de união a microtração. NPsAg-PVA serão sintetizadas através da redução dos sais de prata por extrato de própolis vermelha de Alagoas (PVA) e incorporadas à pasta de Ca(OH)<sub>2</sub> e a um adesivo experimental, a atividade antimicrobiana dessas nanopartículas serão avaliadas separadamente de acordo com cada material, e cada material será caracterizado. Espera-se com esse estudo que a adição de NPsAg-PVA a esses materiais odontológico seja promissor para a melhora e evolução das condições orais. O Estudo será laboratorial in vitro. O instrumento para a realização da pesquisa será a coleta de dentes extraídos dos pacientes com indicação clínica. Além dos dados clínicos do paciente, como comorbidades ou alergias caso o paciente seja portador de alguma delas, esses dados coletados

**Endereço:** Av. Lourival Melo Mota, s/n - Campus A . C. Simões,  
**Bairro:** Cidade Universitária **CEP:** 57.072-900  
**UF:** AL **Município:** MACEIO  
**Telefone:** (82)3214-1041 **E-mail:** comitedeeticaufal@gmail.com