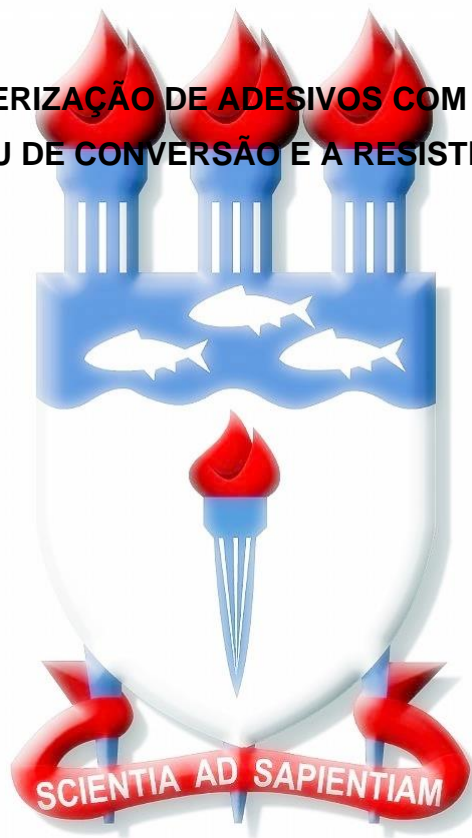


UNIVERSIDADE FEDERAL DE ALAGOAS
FACULDADE DE ODONTOLOGIA

ADLA FERNANDA LISBOA MOURA
WANDERSON DA SILVA DOS SANTOS

**SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE ADESIVOS COM POLIFENÓIS. EFEITO
SOBRE O GRAU DE CONVERSÃO E A RESISTÊNCIA ADESIVA**

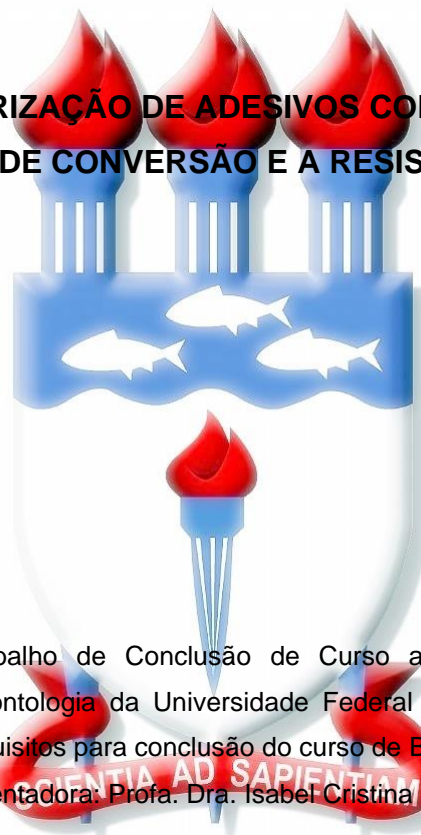


MACEIÓ-AL
2020 – 1º SEMESTRE

UNIVERSIDADE FEDERAL DE ALAGOAS
FACULDADE DE ODONTOLOGIA

ADLA FERNANDA LISBOA MOURA
WANDERSON DA SILVA DOS SANTOS

**SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE ADESIVOS COM POLIFENÓIS. EFEITO
SOBRE O GRAU DE CONVERSÃO E A RESISTÊNCIA ADESIVA**



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.
Orientadora: Profa. Dra. Isabel Cristina Celerino de Moraes Porto.

MACEIÓ-AL
2020 – 1º SEMESTRE

Catálogo na fonte
Universidade Federal de Alagoas
Biblioteca Central
Divisão de Tratamento Técnico

Bibliotecária Responsável: Helena Cristina Pimentel do Vale CRB-4/ 661

M929s Moura, Adla Fernanda Lisboa.
Síntese e caracterização de adesivos com polifenóis. Efeito sobre o grau de conversão e a resistência adesiva / Adla Fernanda Lisboa Moura, Wanderson da Silva dos Santos. – 2020.
21 f. : il.

Orientadora: Isabel Cristina Celerino de Moraes Porto.
Monografia (Trabalho de Conclusão de Curso - Odontologia) – Universidade Federal de Alagoas. Faculdade de Odontologia, Maceió, 2020.

Bibliografia: f. 19-21

1. Odontologia. 2. Adesivo dentinário. 3. Polifenóis. 4. Resveratrol. 5. Quercetina.
I. Santos, Wanderson da Silva dos. II. Título.

CDU: 616.314-08



FOLHA DE APROVAÇÃO

ADLA FERNANDA LISBOA MOURA
WANDERSON DA SILVA DOS SANTOS

**SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE ADESIVOS COM POLIFENÓIS. EFEITO
SOBRE O GRAU DE CONVERSÃO E A RESISTÊNCIA ADESIVA**

BANCA EXAMINADORA:

PROFA. DRA. ISABEL CRISTINA CELERINO DE MORAES PORTO

PROF. DR. MARCOS AURÉLIO BOMFIM DA SILVA

PROFA. DRA. LARISSA SILVEIRA DE MENDONÇA FRAGOSO

APROVADA EM: 04/09/2020

Coordenação dos Trabalhos de Conclusão de Curso da FOUFAL

AGRADECIMENTOS DO TCC

Chega o fim desse ciclo e início de uma nova jornada. Agradecemos primeiramente a Deus, por sua misericórdia, bondade e providência em nossas vidas e durante esses anos de graduação. À nossa família, que foi sustento constante, não medindo esforços e sempre presente, de modo particular, agradecemos aos nossos pais e irmãos.

Aos nossos professores, nossa eterna gratidão pelo conhecimento adquirido e admiração pelo empenho em nos fazer enxergar o quanto podemos ser grandes, tanto na vida pessoal quanto profissional. Em especial a nossa orientadora Profa. Dra. Isabel Cristina Celerino de Moraes Porto, que foi amiga e abriu o caminho da ciência para nós. Não podemos colocar em palavras a sua importância em nossa vida. Não esqueceremos dos nossos pacientes da graduação, que nos proporcionaram aprender a odontologia e admirá-la.

Aos nossos amigos, que tornaram o cotidiano mais fácil, foi um imenso prazer dividir a graduação e a vida com vocês. A nós, pois nosso companheirismo durante essa trajetória foi fundamental nos dias difíceis e felizes. Agradecemos as nossas duplas Karol Ellen e Isabela Fernanda, por toda paciência e companheirismo.

Ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) e à Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de Alagoas (FAPEAL), pelo apoio financeiro para realização da pesquisa.

Aos que não foram aqui citados, mas estão em nossos corações, Obrigado!

SUMÁRIO

RESUMO	7
ABSTRACT	8
INTRODUÇÃO	9
OBJETIVO	10
METODOLOGIA	10
RESULTADOS	14
DISCUSSÃO	16
CONCLUSÃO	18
REFERÊNCIAS	19

MANUSCRITO

SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE ADESIVOS COM POLIFENÓIS. EFEITO SOBRE O GRAU DE CONVERSÃO E A RESISTÊNCIA ADESIVA

SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF DENTIN-BONDING AGENTS WITH POLYPHENOLS. EFFECT ON CONVERSION DEGREE AND BOND STRENGTH

Adla Fernanda Lisboa Moura¹

Wanderson da Silva dos Santos²

Isabel Cristina Celerino de Moraes Porto³

¹Aluna de graduação, Faculdade de Odontologia, Universidade Federal de Alagoas, Campus AC Simões, Av. Lourival Melo Mota, S / N, Tabuleiro do Martins, Maceió, AL, Brasil. adlafernandauab@gmail.com .

²Aluno de graduação, Faculdade de Odontologia, Universidade Federal de Alagoas, Campus AC Simões, Av. Lourival Melo Mota, S / N, Tabuleiro do Martins, Maceió, AL, Brasil. wanderson.santos@foufal.ufal.br.

³Professora 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 .

Autor para correspondência:

Profa. Dra. Isabel Cristina Celerino de Moraes Porto
Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Alagoas
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

SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE ADESIVOS COM POLIFENÓIS. EFEITO SOBRE O GRAU DE CONVERSÃO E A RESISTÊNCIA ADESIVA

RESUMO

Esse estudo teve por objetivo avaliar o efeito do resveratrol e da quercetina sobre o grau de conversão e a resistência de união de um adesivo dentinário experimental a base de metacrilato. O adesivo experimental de dois passos foi obtido pela mistura dos monômeros hidroxietilmetacrilato (HEMA) e 2,2-bis[4-(2-hidroxi-3-metacriloxipropoxi)fenil]-propano (BisGMA), etanol e um sistema fotoiniciador. Resveratrol e quercetina foram adicionados ao adesivo base nas concentrações de 10 µg/mL, 20 µg/mL, 100 µg/mL, 250 µg/mL, 500 µg/mL e 1000 µg/mL. O grau de conversão dos adesivos foi medido utilizando-se espectroscopia no infravermelho. Testes de resistência de união ao microcissalhamento foram feitos 24h após a fotoativação. Os dados foram avaliados estatisticamente utilizando-se ANOVA complementado pelo teste de Tukey ($\alpha = 0,05$). O grau de conversão dos adesivos com resveratrol variou de 61,74% a 75,86% ($p > 0,05$) e nos adesivos com quercetina manteve-se entre 62,58% e 67,82% ($p > 0,05$). Comparado ao grupo controle (77,26%), apenas o adesivo com 1000 µg/mL de resveratrol (61,74%) apresentou redução significativa no GC ($p = 0.001$). Não houve diferença estatística na resistência ao microcissalhamento da interface resina/esmalte (Mpa) entre o grupo controle e os adesivos com Resveratrol ($p > 0,05$). Nos adesivos com quercetina nas concentrações 10, 20 e 250 µg/mL houve redução significativa na resistência ao microcissalhamento ($p < 0,05$). A incorporação do resveratrol e quercetina ao adesivo experimental manteve o grau de conversão dentro dos limites adequados para um adesivo dentinário. A resistência ao microcissalhamento dos adesivos experimentais com resveratrol em todas as concentrações testadas e com quercetina nas concentrações de 100 µg/mL, 500 µg/mL e 1000 µg/mL não foi alterada.

Palavras-chave: Adesivo dentinário; Polifenóis; Resveratrol; Quercetina.

SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF DENTIN-BONDING AGENTS WITH POLYPHENOLS. EFFECT ON CONVERSION DEGREE AND BOND STRENGTH

ABSTRACT

The aim of this study was to evaluate the effect of resveratrol and quercetin on conversion degree and bond-strength of an experimental methacrylate- based dental adhesive. The two-step experimental adhesive was made by mixing hydroxyethylmethacrylate (HEMA) and 2,2-bis [4- (2-hydroxy-3-methacryloxypropoxy) phenyl] -propane (BisGMA) monomers, ethanol and a photoinitiator system. Resveratrol and quercetin were added to the adhesive base at following concentrations of 10 µg / mL, 20 µg / mL, 100 µg / mL, 250 µg / mL, 500 µg / mL and 1000 µg / mL. The conversion degree (CD) of the adhesives was measured using infrared spectroscopy. Tests of microshear bond strength were performed 24 hours after photoactivation. The data were analyzed using ANOVA and Tukey test ($\alpha = 0.05$). The CD of adhesives with resveratrol recorded was from 61.74% to 75.86% ($p > 0.05$) and in adhesives with quercetin the remained between 62.58% and 67.82% ($p > 0,05$). Compared to the control group (77.26%), only the adhesive with 1000 µg / mL of resveratrol (61.74%) showed significant decreasing on CD ($p = 0.001$). There was no statistical difference on microshear bond strength at resin/enamel interface (Mpa) between the control group and the adhesives with resveratrol ($p > 0.05$). In adhesives with quercetin at 10, 20 and 250 µg / mL concentrations there was a significant decreasing on microshear bond strength ($p < 0.05$). The addition of resveratrol and quercetin into the experimental adhesive kept the degree of conversion within the expected limits for a dental adhesive. The microshear bond strength of experimental adhesives with resveratrol at all tested concentrations and with quercetin at 100 µg / mL, 500 µg / mL and 1000 µg / mL concentrations didn't change.

Keywords: Dentin bonding agents; Polyphenols; Resveratrol; Quercetin.

1 INTRODUÇÃO

Para um adesivo ter qualidade clínica, suas propriedades físicas, químicas e biocompatibilidade precisam estar adequadas (1). Existem dois processos principais que participam da união do adesivo à dentina: A remoção da fase mineral da dentina sem alterar a matriz colágena, e o preenchimento dos espaços vazios com monômeros de resinas, que polimerizam in situ para formar uma camada mista, chamada de camada híbrida. Contudo é difícil conseguir uma interface resina-dentina que seja estável com o tempo (2).

Mesmo com os avanços na produção e desenvolvimento de novos adesivos dentinários e de melhores estratégias de adesão, ainda são relatados insucessos nas restaurações, mostrando que a camada híbrida estabelecida não é tão durável quanto se acreditava (3). A degradação dessa camada é um processo complexo, resultante da degradação do material resinoso e da proteólise de fibrilas colágenas (4). Como resultado, o colágeno é exposto a agressão por agentes exógenos e endógenos, resultando em degradação da camada híbrida e em problemas clínicos.

As metaloproteinases da matriz (MMPs) pertencem à família de endopeptidases (5), e podem ser ativadas em pH ácido (6), o que pode ocorrer em diferentes etapas do desenvolvimento da lesão de cárie e durante ou após procedimentos restauradores (5). Nos procedimentos restauradores adesivos é necessário o condicionamento com ácido fosfórico (adesivos de condicionamento total), ou com monômeros ácidos (adesivos autcondicionantes). Durante essas etapas a acidificação do meio pode ativar as MMPs, induzindo a degradação da matriz colágena (7).

Sabe-se que a adição de antioxidantes aos adesivos diminui a hidrólise e a degradação causada por radicais livres (8). O resveratrol (RES) é um antioxidante polifenólico encontrado em vários alimentos, como uvas e em doses baixas apresenta um potencial protetor contra danos oxidativos. A quercetina é um polifenol vastamente encontrado em uma variedade de alimentos como maçãs, cebolas e chá verde. Dentre vários outros benefícios à saúde humana, a quercetina apresenta ação na diminuição na expressão de MMPs (9).

Assim, a adição de resveratrol e quercetina a um adesivo dentinário, aparece como uma alternativa possível para aumentar a longevidade das restaurações com resina composta, prevenindo a atividade das metaloproteinases sobre o colágeno exposto na camada híbrida.

2 OBJETIVOS

Avaliar o efeito do resveratrol e da quercetina sobre o grau de conversão e a resistência de união de um adesivo dentinário experimental a base de metacrilato.

3 METODOLOGIA

3.1 Preparação dos adesivos experimentais

O adesivo experimental foi preparado com uma mistura na razão de 45:55 (m.m) dos monômeros hidroxietil metacrilato (HEMA) e bisfenol A-glicidil metacrilato (BisGMA). Como sistema fotoiniciador utilizou-se canforoquinona e 4-dimetil amina benzoato de etila - EDMAB. Para preparação dos adesivos, o BisGma foi pesado e a seguir adicionou-se o HEMA. A mistura foi aquecida a 68°C e centrifugada por 30 minutos a 2000 G. A seguir a mistura foi aquecida novamente por 1 minuto a 68°C e agitada em vortex por 30s, alternadamente, durante 8 minutos, até que houvesse a completa homogeneização. Após essa fase, adicionou-se, um a um, os fotoiniciadores canforoquinona e EDMAB, sob agitação. Por fim, levou-se a mistura ao agitador até se adquirir uma solução de aspecto homogêneo e coloração amarelo límpida. O adesivo foi armazenado em frasco plástico de cor âmbar a 4°C.

A seguir, preparou-se uma solução mãe de cada produto testado, adicionando-se 48 mg de quercetina ou 50 mg de resveratrol a 1mL de etanol, que foram completamente solubilizadas em ultrassom (UltraCleaner 700, Unique) durante 1 minuto. A partir da solução mãe (10.0%) foi preparada a solução 1 (1,00%), a solução 2 (0,50%), a solução 3 (0,25%), a solução 4 (0,10%), a solução 5 (0,02%) e a solução 6 (0,01%) de resveratrol e quercetina em etanol. Os adesivos foram preparados adicionando-se 24µL de cada solução 1, 2 e 3, à 230 mg de adesivo, obtendo-se os adesivos com resveratrol e quercetina nas concentrações de 1000 µg/mL, 500 µg/mL, 250 µg/mL, 100

$\mu\text{g/mL}$, 20 $\mu\text{g/mL}$ e 10 $\mu\text{g/mL}$, respectivamente. Para testar o efeito do solvente isoladamente, 24 μL de etanol puro foi adicionado à 230 mg de adesivo (branco). Todas os adesivos foram colocados em frascos protegidos de luz e mantidos em local refrigerado (4° C).

3.2 Análise do grau de conversão em espectroscopia no infravermelho (FTIR).

Para cada concentração do adesivo foram confeccionadas 5 películas de cada adesivo fotopolimerizado. Para isso, 25 μL de cada adesivo modificado, branco e controle, foram depositados sobre uma película de poliéster apoiada em uma placa de vidro e depois de 30 segundos o adesivo foi coberto com outra película de poliéster e imediatamente fotoativado por 20 segundos (LED Emitter B; Schuster Com. Equip. Odontológicos Ltda, RS, Brasil - 1150 mW cm^2). Todas as películas, assim como as amostras líquidas não polimerizadas (n=5) foram colocadas em frascos protegidos de luz e armazenados durante 24 horas em temperatura ambiente (22 °C).

Espectros para análise do grau de conversão (GC) foram obtidos em espectroscopia no infravermelho com transformadas de Fourier - FTIR (IRAFFINITY-1 SERIAL N° A213749, SHIMADZU), na região entre 4000 a 700 cm^{-1} , com 128 varreduras e resolução de 4 cm^{-1} , no modo refletância total atenuada (ATR).

Foram considerados os picos de absorbância em 1608 e 1638 cm^{-1} , que sinalizam, respectivamente, as ligações vinílicas aromáticas do bisfenol e alifáticas do grupamento funcional metacrilato. O valor do grau de conversão (GC) foi obtido aplicando-se equação:

$$\text{GC (\%)} = 100 [1 - (R(\text{polimerizada})/R(\text{não polimerizada}))]$$

Onde, R é a razão entre a altura do pico da dupla ligação carbono-carbono alifático (C=C) 1640 cm^{-1} e a altura do pico da dupla ligação (C=C) do grupo benzeno aromático a 1610 cm^{-1} . A Figura 1 mostra o passo a passo para a confecção das películas de adesivos polimerizados.

Figura 1 - Sequência de confecção das películas

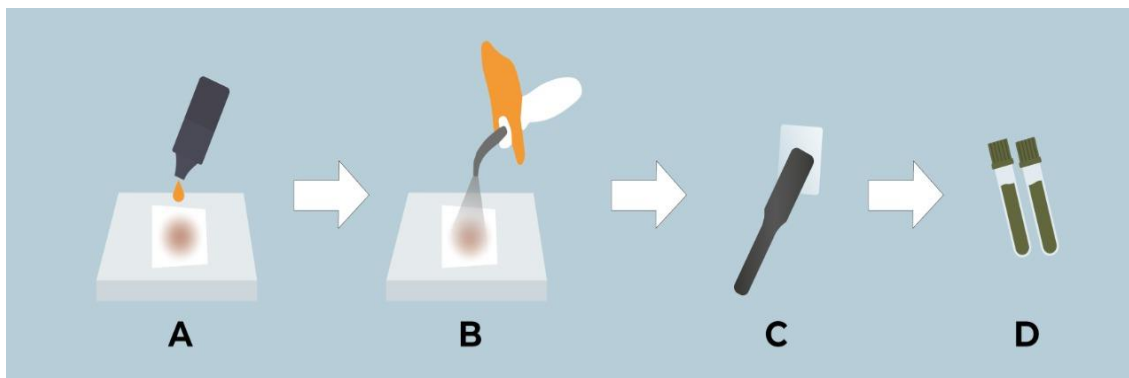


Figura 1. Ilustração da sequência para confecção das películas de adesivo polimerizado. **1-A:** Deposição do adesivo líquido sobre uma película de poliéster apoiada em uma placa de vidro. **1-B:** Fotopolimerização da película. **1-C:** Película fotopolimerizada. **1-D:** armazenamento das amostras em frascos protegidos da luz.

Fonte: Autor, 2020.

3.3 Teste de microcisalhamento

Para testar a resistência ao microcisalhamento da união do adesivo ao esmalte dentário foram utilizados incisivos bovinos hígidos. Os dentes foram limpos com uma pasta de pedra pomes e água aplicada com taça de borracha em baixa rotação (Kavo Dental, Joinville, BR) e armazenados em água destilada, 4°C.

As raízes foram separadas da coroa por um corte transversal na região amelocementária. E depois obteve-se um retângulo da face vestibular cortando-se na região incisal, cervical, mesial e distal, com disco de carborundum (American Burrs, Palhoça, Santa Catarina, BR) instalado em uma peça reta (Kavo Dental, Joinville, BR). As amostras foram embutidas em resina acrílica autopolimerizável (Clássico, São Paulo, Brasil) de modo que a região vestibular ficasse levemente mais alta, que a seguir o esmalte vestibular foi planificado com lixas de carvão de silício de granulação 400 e 600 (3M ESPE, Minnessota, EUA) por 60 segundos em cada lixa. Após a planificação do esmalte vestibular, todas as amostras foram examinadas em microscópio estereoscópico com aumento de 40X para certificação de que não havia dentina exposta na superfície adesiva.

O esmalte da região vestibular das amostras foi condicionado com ácido fosfórico 37% (Condac 37%, Joinville, Brasil), por 15s, lavados com água por 30s e secos com jato de ar para receber duas camadas do adesivo experimental.

Cada camada de adesivo foi aplicada no esmalte por 15s, seguida de um leve jato de ar, aplicado para remoção do solvente residual e a seguir fotoativado por 20 segundos (LED Emitter B; Schuster Com. Equip. Odontológicos Ltda, RS, Brasil - 1150 mW cm²). A seguir quatro microcilindros (3mm de altura x 0,9 mm de diâmetro) de resina composta (Vittra APS, cor A1, FGM Ind, Joinville, BR) foram unidos ao esmalte de cada amostra e fotoativados por 20 segundos. Para confecção dos cilindros de resina composta utilizou-se uma matriz tubular de silicone com 0,9 mm de diâmetro interno, que foi removida com dois cortes paralelos ao longo eixo feitos com lâmina de bisturi #11.

Depois de 24h em água destilada a 37 °C, cada amostra foi colocada em um dispositivo de microcisalhamento adaptado a uma máquina de testes (Microtensile OM 100, ODEME, Santa Catarina, BR), com um fio ortodôntico (Morelli Ortodontia, Sorocaba, Brasil, raio de 0,1 mm) posicionado exatamente na interface esmalte/resina. O carregamento cisalhante foi aplicado a uma velocidade de 1 mm/min até a fratura do pilar. Os valores dados em kgf foram convertidos para MPa. A figura 2 mostra o passo a passo para realização do microcisalhamento.

Figura 2 – Preparo para o teste de microcisalhamento

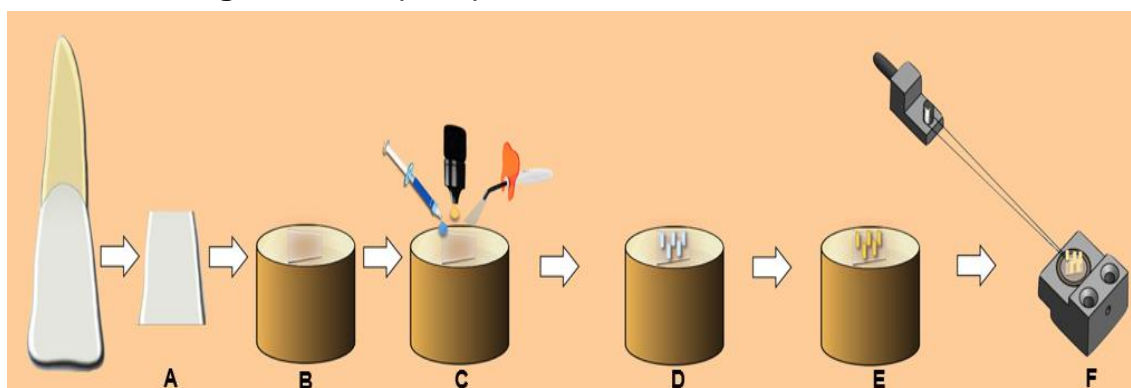


Figura 2. Desenho esquemático do preparo das amostras e teste de microcisalhamento. **2-A:** Obtenção de amostras retangulares da face vestibular dos dentes. **2-B:** Embutimento em resina acrílica. **2-C:** Condicionamento ácido, aplicação do adesivo e fotopolimerização. **2-D:** Aplicação e fotopolimerização dos microcilindros contendo resina composta. **2-E:** Cilindros de resina composta unidos ao esmalte dental após a remoção dos tubos de silicone. **2-F:** Posicionamento das amostras na máquina para realização do teste de microtração.

Fonte: Autor, 2020.

3.4 Análise do modo de fratura

O modo de fratura foi avaliado em ampliação de 60X (Stereo Zoom Leica S8 APO, Leica Microsystems; Wetzlar, Germany) e categorizado em quatro grupos:

- 1- Fratura coesiva em esmalte (FE); 2- Fratura coesiva em resina composta (FR);
 3- Fratura adesiva (FA) quando a falha ocorrer na interface dentina/adesivo ou
 4- Fratura mista (FM) quando dois ou mais modos de fratura ocorrerem simultaneamente.

3.5 Análise estatística

Os valores de grau de conversão e microcissalhamento foram submetidos ao teste F ANOVA seguido do teste de Tukey para comparações dos pares. O nível de significância utilizado na decisão dos testes estatísticos foi de 5,0%. Os testes foram feitos no programa Statistical Package for Social Sciences (SPSS) versão 26.

4 RESULTADOS

4.1 Grau de conversão

A tabela 1 mostra os resultados do grau de conversão de todos os grupos estudados. O grau de conversão dos adesivos com resveratrol variou de 61,74% (1000 µg/mL) a 75,86% (20 µg/mL), sem diferença estatística entre os grupos ($p > 0,05$). Em todos os adesivos com quercetina, o GC foi semelhante ($p > 0,05$). Comparado ao grupo controle (77,26%), apenas o adesivo com 1000 µg/mL de resveratrol (61,74%) apresentou redução significativa no GC ($p = 0.001$).

Tabela 1 – Médias \pm desvio padrão do grau de conversão (%) de todos os adesivos estudados

Concentrações	Quercetina	Resveratrol	Branco	Controle
10 µg/mL	67,73 \pm 8,24 ^{ABC}	70,25 \pm 5,01 ^{ABC}	77,63 \pm 3,45 ^{BC}	77,26 \pm 6,42 ^{BC}
20 µg/mL	67,13 \pm 11,37 ^{ABC}	75,86 \pm 1,54 ^{ABC}		
100 µg/mL	63,10 \pm 3,64 ^{AB}	71,50 \pm 3,53 ^{ABC}		
250 µg/mL	62,58 \pm 9,89 ^{AB}	70,50 \pm 10,24 ^{ABC}		
500 µg/mL	64,26 \pm 12,22 ^{AB}	69,03 \pm 2,17 ^{ABC}		
1000 µg/mL	67,82 \pm 8,31 ^{ABC}	61,74 \pm 1,77 ^A		

OBS.: Letras maiúsculas distintas indica diferença significativa entre os adesivos testados. ANOVA um fator com comparações pareadas de Tukey. Controle (adesivo puro); Branco (adesivo + etanol).

4.2 Teste de microcisalhamento

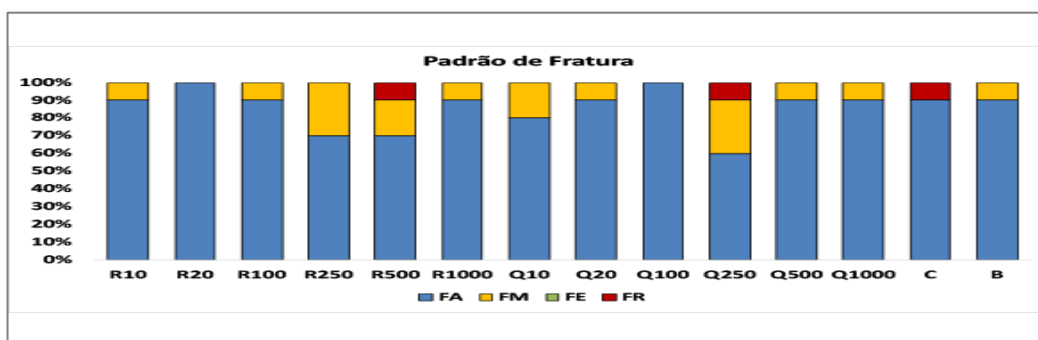
Na Tabela 2 apresentam-se as médias e desvio padrão da resistência ao microcisalhamento da interface resina/esmalte (Mpa) para cada um dos adesivos utilizados. Não houve diferença estatística entre o grupo controle e os adesivos experimentais com Resveratrol ($p > 0,05$). No entanto quando se adicionou quercetina nas concentrações 10, 20 e 250 $\mu\text{g/mL}$, notou-se uma redução significativa na resistência ao microcisalhamento, comparando-se ao grupo controle ($p < 0,05$). Todas as quatro categorias de padrão de falha são vistas na Figura 3, onde nota-se a predominância de fratura adesiva em todos os grupos.

Tabela 2 – Médias \pm desvio padrão da resistência ao microcisalhamento da interface resina/esmalte (Mpa).

Concentração	Quercetina	Resveratrol	Branco	Controle
-	-	-	11,08 \pm 4,63 ^{BCD}	14,20 \pm 5,23 ^D
10 $\mu\text{g/mL}$	4,08 \pm 1,07 ^A	15,11 \pm 7,16 ^D		
20 $\mu\text{g/mL}$	5,22 \pm 1,96 ^{AB}	14,83 \pm 5,94 ^D		
100 $\mu\text{g/mL}$	7,52 \pm 2,73 ^{ABCD}	12,67 \pm 3,85 ^{CD}		
250 $\mu\text{g/mL}$	6,42 \pm 2,66 ^{ABC}	15,43 \pm 5,71 ^D		
500 $\mu\text{g/mL}$	10,49 \pm 4,10 ^{ABCD}	10,56 \pm 3,03 ^{ABCD}		
1000 $\mu\text{g/mL}$	11,97 \pm 3,07 ^{CD}	11,88 \pm 4,55 ^{CD}		

OBS.: Letras maiúsculas distintas indica diferença significativa entre os adesivos testados. ANOVA um fator com comparações pareadas de Tukey. Controle (adesivo puro); Branco (adesivo + etanol).

Figura 3 – Tipos de fratura encontradas após o teste de microcisalhamento em todos os grupos testados



A fratura adesiva foi o tipo predominante em todos os grupos. R: Resveratrol; Q: Quercetina; C: Controle (adesivo puro); B: Branco (adesivo + etanol).

5 DISCUSSÃO

O valor do grau de conversão do adesivo experimental puro (controle) pode ser comparado ao GC adesivo comercial 3M-Single Bond 2 porque sua fórmula é semelhante em composição química e proporção dos monômeros. Almeida et al. (10) e Brianezzi et al. (11) obtiveram, respectivamente, os valores de 73,50% e 73,00% para o adesivo Single Bond 2, confirmando que os valores obtidos nesse estudo estão dentro do padrão esperado.

Os sistemas adesivos são misturas de materiais resinosos contendo diferentes moléculas de natureza hidrofílica e hidrofóbica, para se infiltrar adequadamente no substrato dentário (dentina ou esmalte), ou moléculas adicionadas para prolongar a estabilidade da camada adesiva ao longo do tempo, e que atingem suas propriedades mecânicas finais por meio de um processo de polimerização (12).

Valores mínimos de conversão para aplicação clínica dos adesivos ainda não foram estabelecidos (13) mas, de modo geral, os sistemas adesivos de condicionamento total que têm em sua composição monômeros de metacrilato em maior proporção apresentam GC entre 52,2% e 84,5% (10,11,14,15), pois a sua reação de polimerização nunca ocorre por completo, restando monômeros não convertidos (13).

A fotopolimerização é uma reação complexa que possui várias consequências clínicas e, cada componente adesivo pode influenciar a reação de polimerização do material, além de outros fatores, como as características do substrato, a técnica do operador e as propriedades do fotoativador (12).

É necessário que haja um alto grau de conversão dos monômeros em polímeros, para que o adesivo possa apresentar boas propriedades mecânicas e a degradação do polímero seja reduzida, aumentando assim, o sucesso dos procedimentos restauradores adesivos (13). A literatura correlaciona falhas da interface adesiva com a baixa qualidade do polímero formado (15,16), pois os parâmetros estruturais da rede polimérica formada desempenham papéis importantes nas propriedades físicas finais dos polímeros (16).

Para os adesivos com quercetina na sua composição, na concentração de 250 µg/mL, houve uma redução significativa do valor médio do grau de conversão, quando comparado ao grupo controle. Entre todos os outros grupos testados não houve diferença estatística significativa ($p > 0,05$). Comparando-se os resultados obtidos nesse estudo, encontra-se semelhança com os estudos de Yang et al. (17), embora aqueles autores tenham trabalhado com amostras apenas nas concentrações de 100, 500 e 1000 µg/mL de quercetina.

Contrariamente, no estudo de Gotti et al. (18), a adição de quercetina a adesivos comerciais reduziu significativamente o grau de conversão.

Ainda não existem estudos publicados sobre o grau de conversão de adesivos com resveratrol, e por esse motivo não foi possível comparar os resultados dessa pesquisa com a literatura. Mas, considerando como valores de referência o grupo controle, é possível dizer que a incorporação de resveratrol em um sistema adesivo, nas concentrações utilizadas, é possível e promissora.

A literatura tem mostrado que a resistência ao microcisalhamento é um método simples e confiável e pode ser correlacionado às propriedades físicas e mecânicas de materiais resinosos (19). Nas pesquisas *in vitro* tem-se optado pela utilização de dentes bovinos, por apresentarem características morfológicas e histológicas semelhantes aos de humanos (20). Nesse estudo foram utilizados dentes bovinos para os testes de resistência ao cisalhamento devido à dificuldade de obtenção de dentes humanos extraídos, em função, principalmente, do avanço da odontologia preventiva, bem como das novas técnicas e materiais utilizados no tratamento odontológico.

No teste de resistência ao microcisalhamento da interface resina/esmalte os valores mais elevados foram registrados para o grupo controle (14,20 MPa). Esse valor está próximo do registrado pelo adesivo comercial Single Bond (3M/ESPE) que varia de 13,01 a 18,76 (21,22,23) e que pode ser creditado às nanopartículas de sílica (5nm) incorporadas nesse adesivo (23). Essas partículas de carga desempenham um papel importante na formação do filme de adesivo que contribui para a estabilização da camada híbrida (24). Assim, podemos considerar os resultados alcançados pelo adesivo experimental (grupo controle) adequado.

Os estudos de Gotti et al. (18) revelam que com a adição de quercetina ao adesivo o valor de microtração em 24 horas foi reduzido, embora tenha se mantido em níveis aceitáveis de variação estatística. A microtração e o microcissalhamento são testes que revelam tipos de forças diferentes, mas ambos denotam o potencial mecânico dos adesivos. Nenhum teste de microcissalhamento com adição de quercetina e resveratrol foi encontrado na literatura.

Os polifenóis incorporados nesse adesivo são substâncias com alto potencial antioxidante e potenciais inibidores de MMPs (9,25), que são enzimas diretamente envolvidas na degradação enzimática dos polímeros restauradores. Polifenóis são capazes de estabilizar a cadeia de colágeno pelo aumento do número de ligações cruzadas auxiliando na preservação das fibrilas de colágeno da dentina (25,26).

De acordo com Delgado et al. (27) as fibras colágenas que não forem completamente infiltradas pelo sistema adesivo ficam desprotegidas e, conseqüentemente, são decompostas por proteases aprisionadas no tecido dentinário, levando à diminuição da resistência de união. Assim, os adesivos com polifenóis apresentados nesse estudo podem representar mais uma abordagem para prolongar a meia vida das restaurações adesivas, pela inibição de MMPs.

6 CONCLUSÃO

A partir da metodologia utilizada neste projeto foi possível sintetizar o adesivo experimental contendo quercetina e resveratrol nas concentrações de 10 µg/mL, 20 µg/mL, 100 µg/mL, 250 µg/mL, 500 µg/mL e 1000 µg/mL. A incorporação do resveratrol e quercetina ao adesivo experimental manteve o grau de conversão dentro dos limites adequados para um adesivo dentinário.

A resistência ao cisalhamento dos adesivos experimentais com resveratrol em todas as concentrações testadas e com quercetina nas concentrações de 100 µg/mL, 500 µg/mL e 1000 µg/mL não foi alterada.

7 REFERÊNCIAS

1. Schweikl H, Spagnuolo G, Schmalz G. Genetic and cellular toxicology of dental resin monomers. *J Dent Res* 2006;85:870–877
2. Wang Y, Spencer P. Physicochemical interactions at the interfaces between self-etch adhesive systems and dentine. *J Dent* 2004;32:118-132.
3. Liu Y, Tjäderhane L, Breschi L, Mazzoni A, Li, N, Mao, J. Limitations in bonding to dentin and experimental strategies to prevent bond degradation. *J Dent Res* 2011;90:953-968.
4. Frassetto A, Breschi L, Turco G, Marchesi G, Di Lenarda R, Tay FR, et al. Mechanisms of degradation of the hybrid layer in adhesive dentistry and therapeutic agents to improve bond durability – a literature review. *Dent Mater* 2016;32:e41–53.
5. Mazzoni A, Tjäderhane L, Checchi V, Di Lenarda R, Salo T, Tay FR, Pashley DH, Breschi L.;1; Role of dentin MMPs in caries progression and bond stability. *J Dent Res* 2015;94:241-51.
6. Visse R, Nagase H. Matrix metalloproteinases and tissue inhibitors of metalloproteinases: structure, function, and biochemistry. *Circ Res* 2003; 92: 827–83.
7. Pashley DH, Tay FR, Yiu CKY, Hashimoto M, Breschi L, Carvalho R, et al. Collagen degradation by host-derived enzymes during aging. *J Dent Res* 2004;83:216–21.
8. Melo TAF, Gründling GSL, Montagner F, Scarparo RK, Figueiredo JAP, VierPelisser FV. Are bovine teeth a suitable substitute for human teeth in in vitro studies to assess endotoxin load in root canals?. *Braz Oral Res* 2015; 29:1-6.
9. Lee DE, Chung MY, Lim TG, Huh WB, Lee HJ, Lee KW. Quercetin suppresses intracellular ROS formation, MMP activation, and cell motility in human fibrosarcoma cells. *J Food Sci* 2013a;78:H1464–H1469.
10. Almeida GS, Da Silva EM, Guimarães JGA, Da Silva RNL, Dos Santos GB, Poskus LT. ZnCl₂ Incorporated into experimental adhesives: selected physicochemical properties and resin-dentin bonding stability. *Biomed Res Int.* 2017;2017:5940479.

11. Brianezzi LFF, Maenosono RM, Bim O Júnior, Zabeu GS, Palma-Dibb RG, Ishikiriyama SK. Does laser diode irradiation improve the degree of conversion of simplified dentin bonding systems?. *J Appl Oral Sci.* 2017;25(4):381–6.
12. Cadenaro M, Maravic T, Comba A, Mazzoni A, Fanfoni L, Hilton T, Ferracane J, Breschi L. The role of polymerization in adhesive dentistry. *Dent Mater* 2019;35:e1-e2.
13. Collares FM, Portella FF, Leitune VC, Samuel SM. Discrepancies in degree of conversion measurements by FTIR. *Braz Oral Res* 2014;28:9–15.
14. Faria-e-Silva AL, Lima AF, Moraes RR, Piva E, Martins LR. Degree of conversion of etch-and-rinse and self-etch adhesives light-cured using QTH or LED. *Operative Dentistry* 2010;35:649–54.
15. Hass V, Dobrovisky M, Zander-Grande C, Martins GC, Gordillo LAA, Accorinte MLR, Gomes OMM, Louguercio AD, Reis A. Correlation between degree of conversion, resin–dentin bond strength and nanoleakage of simplified etch-and-rinse adhesives. *Dental Materials.* 2013;29(9):921-928.
16. Emami N, Söderholm KJ. Young's modulus and degree of conversion of different combination of light-cure dental resins. *Operative Dentistry Journal* 2009;3:202–207.
17. Yang H, Li K, Yan H, Liu S, Wang Y, Huang C. High-performance therapeutic quercetin-doped adhesive for adhesive–dentin interfaces. *Sci Rep* 2017;7:8189.
18. Gotti VB, Feitosa VP, Sauro S, Correr-Sobrinho L, Leal FB, Stansbury JW, Correr AB. Effect of antioxidants on the dentin interface bond stability of adhesives exposed to hydrolytic degradation. *Journal of Adhesive Dentistry* 2015;17:35-44.
19. Armstrong S, Breschi L, Özcan M, Pfefferkorn F, Ferrari M, Van Meerbeek B. Academy of Dental Materials guidance on in vitro testing of dental composite bonding effectiveness to dentin/enamel using microtensile bond strength (ITBS) approach. *Dental Materials* 2017;33:133-143.

20. Arango-Santander S, Montoya C, Pelaez-Vargas A, Ossa EA. Chemical, structural and mechanical characterization of bovine enamel. *Arch Oral Biol* 2019;109:104573.
21. Elkassas DW, Fawzi EM, El Zohairy A. The effect of cavity disinfectants on the micro-shear bond strength of dentin adhesives. *Eur J Dent*. 2014;8(2):184–90.
22. Sinha DJ, Jandial UA, Jaiswal N, Singh UP, Goel S, Singh O. Comparative evaluation of the effect of different disinfecting agents on bond strength of composite resin to dentin using two-step self-etch and etch and rinse bonding systems: An in-vitro study. *J. Conserv Dent* 2018;21:424–427.
23. Villela-Rosa AC, Gonçalves M, Orsi IA, Miani PK. Shear bond strength of self-etch and total-etch bonding systems at different dentin depths. *Braz Oral Res* 2011;25:143-149.
24. Miyazaki Mo S, Hinoura K, Onose H, Moore BK. Influence of filler addition to bonding agents on shear bond strength to bovine dentin. *Dent Mater* 1995;11(4):234–8.
25. Porto ICCM, Nascimento TG, Oliveira JMS, Freitas PH, Haimeur A, França R. Use of polyphenols as a strategy to prevent bond degradation in the dentin–resin interface. *Eur J Oral Sci* 2018;126:146-158.
26. Neri JR, Yamauti M, Da Silveira F, Mendonça JS, Carvalho RM, Santiago SL. Influence of dentin biomodification with epigallocatechin-3-gallate on the bond strength of self-etch adhesive: Twelve-month results. *International Journal of Adhesion and Adhesives* 2016;7:181–86.
27. Delgado CC, Scheffel DLS, Scheffel RH, Pashley D, Hebling J. Redução da atividade proteolítica da dentina após curtos períodos de aplicação de proantocianidina. *Rev Odontol Unesp* 2015;44(6):355-9.