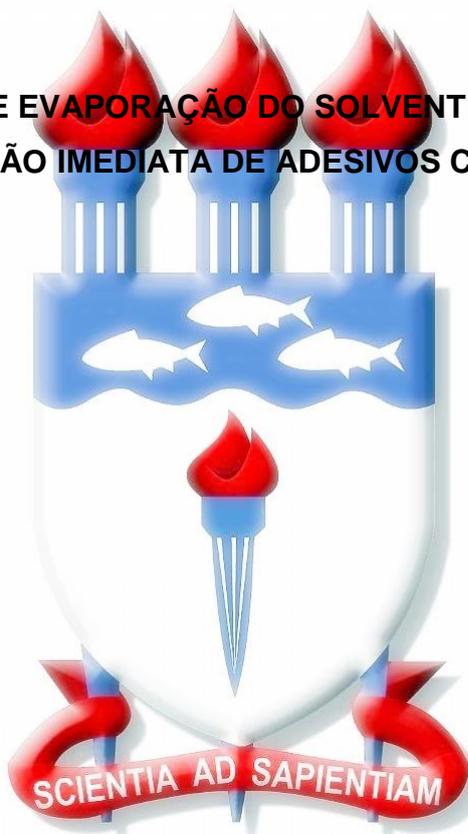


UNIVERSIDADE FEDERAL DE ALAGOAS
FACULDADE DE ODONTOLOGIA

LUCINEIDE SILVA DA ROCHA

**EFEITO DO TEMPO DE EVAPORAÇÃO DO SOLVENTE RESIDUAL SOBRE A
RESISTÊNCIA DE UNIÃO IMEDIATA DE ADESIVOS CONTENDO PRÓPOLIS**

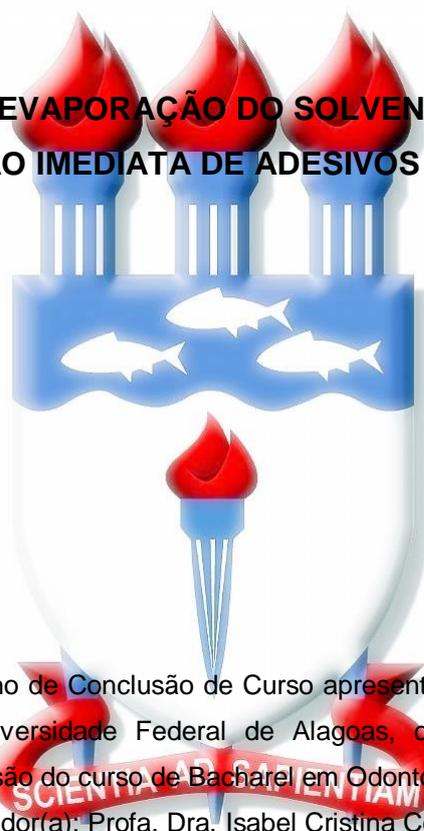


MACEIÓ-AL
2024-01

UNIVERSIDADE FEDERAL DE ALAGOAS
FACULDADE DE ODONTOLOGIA

LUCINEIDE SILVA DA ROCHA

**EFEITO DO TEMPO DE EVAPORAÇÃO DO SOLVENTE RESIDUAL SOBRE A
RESISTÊNCIA DE UNIÃO IMEDIATA DE 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(a): Profa. Dra. Isabel Cristina Celerino de Moraes Porto.

MACEIÓ-AL

2024-01



**Catálogo na fonte Universidade
Federal de Alagoas Biblioteca
Central**

Divisão de Tratamento Técnico

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

R672e Rocha, Lucineide Silva da.
Efeito do tempo de evaporação do solvente residual sobre a resistência de união
imediate de adesivos contendo própolis/ Lucineide Silva da Rocha. – 2024.
23 f. : il.

Orientadora: Isabel Cristina Celerino de Moraes Porto.
Monografia (Trabalho de Conclusão de Curso - Odontologia) – Universidade
Federal de Alagoas, Faculdade de Odontologia, Maceió, 2024.

Bibliografia: f. 20-23.

1. Odontologia. 2. Adesivo dentário. 3. Própolis. 4. Camada híbrida. 5. Resistência
de união I. Título



SCIENTIA AD SAPIENTIAM

CDU: 616.314-08

AGRADECIMENTOS

Primeiramente, agradecer a Deus que me proporcionou a oportunidade de graduar um dos cursos mais concorridos em uma Universidade Federal, também sabedoria e entendimento nos estudos e coragem para enfrentar os desafios.

A minha família pelo apoio que me foi dado durante esta caminhada, sem o qual nada do que conquistei seria possível. Aos meus pais Cícero Vieira da Rocha (in memoriam) e Maria de Jesus Silva da Rocha que apesar da distância, sempre me deram apoio e motivação. As minhas irmãs que estiveram sempre perto e me fizeram acreditar em mim, em especial a Lindinalva Rocha que me deu todo suporte do começo até o final do curso.

A minha orientadora, profa. Dra. Isabel Cristina Celerino de Moraes Porto, por ter me acolhido em suas pesquisas, pela sua dedicação, disponibilidade, motivação, orientação e o incentivo. Também pela transmissão de seus conhecimentos em suas aulas teóricas e práticas clínicas. Isso fez me sentir como pesquisadora e gostar ainda mais da área da Dentística. Foi um gosto tê-la como professora e orientadora.

As duplas amigas/irmãs Daniela Oliveira parceira de trabalho de iniciação científica que esteve presente em todos os momentos da pesquisa e Irlane Rocha parceira dos atendimentos clínicos e de estágio.

A todos os professores que transmitiram o seu conhecimento teórico e contribuíram com suas práticas e vivências enriquecedoras.

Eternamente grata à Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Alagoas (FOUFAL), pela oportunidade de ter concluído o curso, apoio durante todos os períodos e aos profissionais que zelam todos os dias pelo bem comum de toda universidade.

E por fim, aos meus pacientes, importantes meios de aprendizado e evolução.

A todos vocês, um enorme obrigada!

SUMÁRIO

| | |
|--|-----------|
| MANUSCRITO..... | 05 |
| 1. RESUMO..... | 07 |
| 2. ABSTRACT..... | 08 |
| 3. INTRODUÇÃO..... | 09 |
| 4. METODOLOGIA..... | 10 |
| 4.1. Preparo do extrato de própolis..... | 11 |
| 4.2. Preparo dos adesivos..... | 11 |
| 4.3. Preparo dos dentes..... | 12 |
| 4.4. Procedimento adesivo..... | 13 |
| 4.5. Teste de microcisalhamento..... | 13 |
| 4.6. Análise estatística..... | 13 |
| 5. RESULTADOS..... | 14 |
| 6. DISCUSSÃO..... | 16 |
| 7. CONCLUSÃO..... | 21 |
| 8. REFERÊNCIAS..... | 21 |
| 9. APÊNDICES..... | 25 |

**EFEITO DO TEMPO DE EVAPORAÇÃO DO SOLVENTE RESIDUAL SOBRE A
RESISTÊNCIA DE UNIÃO IMEDIATA DE ADESIVOS CONTENDO PRÓPOLIS**

**EFFECT OF RESIDUAL SOLVENT EVAPORATION TIME ON IMMEDIATE
BONDING STRENGTH OF PROPOLIS-DOPED ADHESIVES**

Lucineide Silva da Rocha¹

Daniela Ferreira de Oliveira¹

Isabel Cristina Celerino de Moraes Porto²

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. lucineide.rocha@foufal.ufal.br

²Professora 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:

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

RESUMO

Introdução: Os constituintes dos sistemas adesivos lhes proporcionam propriedades únicas, que os tornam altamente eficientes, sendo os solventes componentes de destaque. **Objetivo:** O objetivo desse estudo foi avaliar o efeito do tempo usado para remoção do solvente residual de adesivos dentinários com própolis na resistência adesiva imediata. **Materiais e métodos:** Foi sintetizado um adesivo experimental (AE) à base de metacrilatos. Própolis vermelha (PV) foi adicionada ao AE e ao adesivo Single Bond 2 (SB) nas seguintes concentrações 20 μ g/mL, 250 μ g/mL e 500 μ g/mL. AE e SB puros foram usados como controle. Na superfície de dentina bovina condicionada com ácido fosfórico foram aplicadas duas camadas de adesivo. Para remoção do solvente residual foi aplicado um jato de ar suave durante 5, 10 ou 15s antes do adesivo ser fotoativado. A seguir, quatro microcilindros de resina composta foram unidos à dentina. Depois de 24h em água destilada a 37 °C, foi realizado o teste de microcisalhamento. Os dados foram submetidos ao teste F ANOVA dois fatores complementado pelo teste de Tukey ($\alpha=0,05$). **Resultados:** Considerando-se cada adesivo testado, não houve diferença significativa para nenhum dos tempos de aplicação de ar para evaporação do solvente ($p=0,425$). A análise por tipo de adesivo mostrou que a adição de própolis não alterou significativamente a resistência adesiva à dentina ($p\geq 0,05$). O adesivo AE PV500 10s apresentou resistência ao cisalhamento mais alta ($8,18 \pm 1,77$ MPa) dentre todos os AE. O mesmo ocorreu com o grupo SB PV500 10s ($14,73 \pm 4,76$ MPa), comparado aos grupos SB. **Conclusão:** Os tempos testados, nesse estudo, para remoção do solvente residual dos adesivos dentinários com própolis não influenciou na resistência adesiva imediata ao microcisalhamento.

Palavras-chave: Adesivos dentinários; Própolis; Camada híbrida; Resistência de união.

ABSTRACT

Introduction: The constituents of adhesive systems provide them with unique properties, which make them highly efficient, with solvents being prominent components. **Objective:** The aim of this study was to evaluate the effect of the time used to remove residual solvent from dentin adhesives with propolis on the immediate bond strength. **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 µg/mL, 250 µg/mL and 500 µg/mL. Pure AE and SB were used as controls. Two layers of adhesive were applied to the phosphoric acid etched dentin surface. To remove residual solvent a slight air blow was applied for 5, 10 or 15s and then the adhesive was light-cured. Four microcylinders of composite were bonded to the dentin. After 24h in distilled water at 37 °C, the shear bonding-strength (SBS) test was performed. ANOVA two-way followed by Tukey test were used for data analysis ($\alpha=0.05$). **Results:** Considering each adhesive tested, there was no significant difference for any time of the air application for solvent evaporation ($p=0.425$). Analysis by adhesive type showed that the addition of propolis did not change significantly the adhesive strength to dentin ($p>0.05$). The AE PV500 10s group showed the highest shear strength (8.18 + 1.77 MPa) among all AE groups. The same happened with the SB PV500 10s group (14.73 +4.76 MPa), compared to the SB groups.

Conclusion: The times tested in this study to remove residual solvent from dentin adhesives with propolis have been no-influence the immediate shear bond strength.

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

3. INTRODUÇÃO

A evolução significativa que ocorreu com os sistemas adesivos nos últimos anos proporcionou uma importante modificação na prática da Odontologia restauradora. Os preparos cavitários tradicionais, delineados com base na anatomia dental e realizados de maneira padronizada com dimensões desnecessariamente grandes, estão sendo substituídos por procedimentos restauradores menos invasivos, graças ao desenvolvimento dos materiais adesivos.¹

A dentina é uma estrutura com alta composição hídrica e, por isso, a adesão à dentina é mais difícil do que a adesão ao esmalte. Assim, ao longo dos anos, os protocolos clínicos e os sistemas adesivos foram sendo alterados, para melhorar a resistência de união e simplificar a técnica.^{2,3}

Os adesivos dentinários são formados por compostos que se traduzem em grande efetividade, ao serem usados de forma correta. Os solventes possuem papel imprescindível no processo adesivo da restauração, pois facilitam a infiltração dos monômeros resinosos nas porosidades formadas pela ação do condicionamento ácido na superfície dentária, dando origem aos *tags* resinosos, que auxiliam na retenção micromecânica das restaurações. Os adesivos também agem no processo de selamento dos túbulos dentinários, promovendo a obliteração desses túbulos, o que por sua vez, evita o movimento do fluido dentinário, diminuindo a sensibilidade dentária pós-operatória. Contudo, o solvente só apresenta eficácia considerada, quando ocorre o processo de evaporação do solvente residual antes de efetuar a polimerização do adesivo. Caso o protocolo de evaporação não seja seguido ocorrerá deficiências no resultado final da restauração, pois a força coesiva da camada adesiva será insuficiente, propiciando a formação de espaços vazios, trincas, fraturas, manchamento marginal e alterações nas propriedades mecânicas. Isso implica diretamente em infiltração nas paredes da restauração e a recidiva de cárie no dente já restaurado.^{4,5,6,7}

Idealmente, todo solvente e água residuais devem ser completamente evaporados da camada híbrida e do adesivo antes da sua polimerização, portanto compete ao clínico adequar sua técnica de secagem e aplicação do adesivo para

maximizar a evaporação desses elementos voláteis. No entanto, o tempo clínico permitido é um fator determinante para evaporação.⁸

Com o avanço da odontologia preventiva, os dentes humanos extraídos são ainda mais difíceis de se obter. Portanto, tornou-se necessário procurar um substrato alternativo. Como os dentes dos mamíferos são histologicamente e morfológicamente semelhantes, os pesquisadores têm passado a usar dentes bovinos, ovinos, equinos e suínos para fornecer material padronizado para estudos. Dentes bovinos têm sido usados como substitutos para dentes humanos devido a sua disponibilidade e tamanho.⁹

O uso da própolis tem sido enfatizado por vários estudos devido a sua composição, em especial pela ação dos flavonóides, que são os principais componentes ativos, responsáveis pelas funções antioxidante, antibacteriana, antiviral, propriedade antifúngica, anti-cariogênica e anti-inflamatória.¹⁰ Outros possíveis fatores podem ser a presença de substâncias resinosas naturais na própolis que apresentam um mecanismo de união semelhante ao do adesivo dental, materiais como resina composta ou verniz.¹¹ Em Odontologia, além de diminuir a hipersensibilidade dentinária, a permeabilidade da dentina e ocluir os túbulos dentinários, mostrou-se benéfico em vários aspectos, incluindo a prevenção da cárie dental, anti-inflamatório, controle da microbiota oral, capeamento pulpar direto, e como analgésico.¹⁰ Porto et al. (2021)¹² demonstraram que o adesivo com própolis apresenta alto grau de conversão e aumenta a durabilidade das restaurações com resina composta. Assim, esse trabalho teve como objetivo, avaliar o efeito do tempo usado para remoção do solvente residual de adesivos dentinários com própolis na resistência adesiva imediata.

4. METODOLOGIA

Foram utilizados 8 adesivos x 3 tempos de evaporação do solvente para testar a resistência ao microcisalhamento da união do adesivo à dentina. A unidade de prova foi a interface adesiva entre um cilindro de resina composta e a dentina (n=12). Assim foram necessários 72 incisivos bovinos hígidos para a pesquisa (3 dentes por grupo).

Preparo do extrato de própolis

A própolis vermelha 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/água (80:20 v.v.) 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/água (80:20 v.v.) 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 vermelha (EEPV) 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 EEPV 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/EEPV. 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 difeniliodônio hexafluorofosfato (1.0%, m/m). O EEPV dissolvido em etanol foi incorporado ao AE e ao adesivo comercial Single Bond2 (SB) (3M/ESPE, St. Paul,

MN, USA) na razão de 24µl/230mg e 25µl/240mg, respectivamente, para se obter adesivos com própolis vermelha (PV) nas seguintes concentrações 20µg/mL, 250µg/mL e 500µg/mL. Adesivos sem própolis foram usados como controle.

Preparo dos dentes

Foram utilizados setenta e dois incisivos bovinos hígidos. Estudos com dentes bovinos dispensam avaliação pela Comissão de Ética no Uso de Animais (CEUA), uma vez que são produto de descarte nos abatedouros.

Os dentes foram limpos separando os debris de tecido mole e osso alveolar com lâmina de bisturi #15. Depois 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.

A seguir, os dentes foram cortados transversalmente 1 mm abaixo da região amelo-cementária para separar as raízes da coroa e em seguida foram obtidos fragmentos da coroa em formato retangular cortando-se na região incisal, cervical, mesial e distal, com disco metálico diamantado (American Burs, 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 face vestibular se apresentou ligeiramente projetada para fora da resina, utilizando-se uma placa de vidro coberta com cera utilidade e uma matriz cilíndrica de PVC para fixar o fragmento dental.

A superfície vestibular foi planificada, para remover totalmente o esmalte e expor a dentina. A seguir foram utilizadas lixas de carbetto de silício de granulação 400 e 600 (3M ESPE, Minesota, EUA) para acabamento da superfície de dentina e formação de uma smear layer padronizada. Após a planificação da superfície vestibular, todas as amostras foram examinadas em microscópio estereoscópico com aumento de 40X para certificação de que restava apenas dentina na superfície adesiva.

Os fragmentos de dentina, já embutidos em resina acrílica, foram distribuídos aleatoriamente em grupos de acordo com o sistema adesivo utilizado: G1: AE com própolis 20µg/mL; G2: AE com própolis 250µg/mL; G3: AE com própolis

500µg/mL; G4: AE sem própolis (Controle); G5: SB com própolis 20µg/mL; G6: SB com própolis 250µg/mL; G7: SB com própolis 500µg/mL; G8: SB sem própolis (Controle).

Procedimento adesivo

A superfície de dentina foi condicionada com ácido fosfórico 37% (Biodinâmica 37%), por 15s, lavada com água destilada por 30s e seca com papel filtro para receber duas camadas de adesivo. Cada camada de adesivo foi friccionada na dentina por 15s, seguida de um leve jato de ar, aplicado durante 5, 10 ou 15s para remoção do solvente residual e a seguir fotoativado por 10 segundos (LED Emitter B; Schuster Com. Equip. Odontológicos Ltda, RS, Brasil - 1150 mW cm²). Quatro microcilindros (3mm de altura x 0,7 mm de diâmetro) de resina composta (Z350XT, 3M ESPE, cor A1 e A2, St. Paul, EUA) foram confeccionados com auxílio de uma matriz tubular de silicone. A matriz foi preenchida com a resina composta e a seguir o conjunto matriz/resina foi irradiado por 20 segundos com o mesmo equipamento LED e mantidos por 24h em água destilada a 37 °C. A matriz tubular de cada amostra foi removida com dois cortes paralelos ao longo eixo do microcilindro feitos com lâmina de bisturi #11, perpendiculares em relação à superfície da dentina.

Teste de microcisalhamento

As amostras (n=12) foram colocadas em um dispositivo de microcisalhamento adaptado a uma máquina de testes mecânicos (Microtensile OM 100, ODEME, Santa Catarina, BR) e um fio ortodôntico (Morelli Ortodontia, Sorocaba, Brasil, raio de 0,1 mm) foi posicionado exatamente na interface dentina/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.

Análise estatística

Os dados foram avaliados estatisticamente utilizando-se o teste F ANOVA dois fatores complementado pelo teste de Tukey ($\alpha = 0,05$).

5. RESULTADOS

Considerando-se cada adesivo testado, não houve diferença significativa ($p=0,425$) para nenhum dos tempos de aplicação de ar para evaporação do solvente (Gráfico 1).

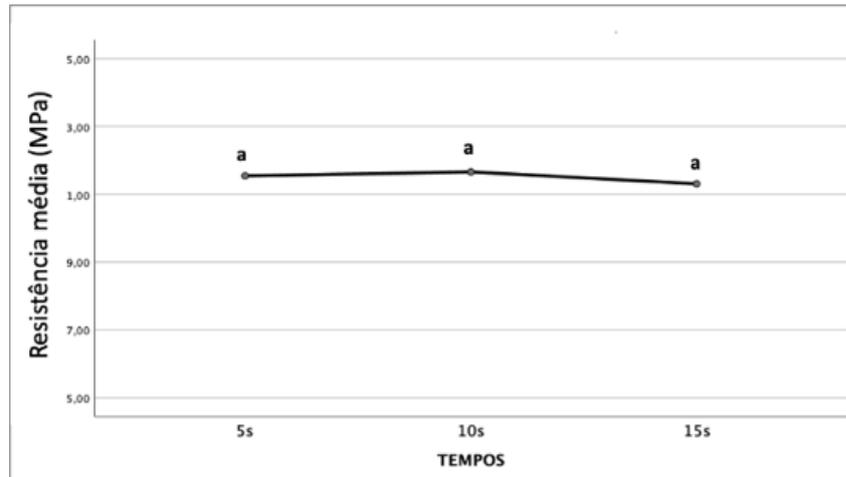
Houve interação significativa entre os adesivos testados ($p = 0,001$). Entre os adesivos sem própolis, o adesivo comercial SB ($12,95 \pm 3,02$; $10,95 \pm 3,09$; $11,49 \pm 2,41$ MPa) apresentou resistência ao cisalhamento significativamente mais alta ($p < 0,05$) do que o AE ($5,71 \pm 0,98$; $4,52 \pm 1,43$; $6,79 \pm 1,35$ MPa) em todos os tempos testados.

Na Tabela 1 apresenta-se as médias de resistência ao cisalhamento de todos os grupos testados. O mais alto valor foi registrado no grupo SB PV 500 10s ($14,73 \pm 4,76$ MPa) e o mais baixo no grupo AE 10s ($4,52 \pm 1,43$ MPa). A inclusão da própolis nos adesivos experimental e comercial (SB) não aumentou significativamente a resistência ao cisalhamento da união dentina/resina ($p \geq 0,05$).

Comparando-se o adesivo experimental sem própolis (AE) e adesivos experimentais com própolis, nas diferentes concentrações de própolis testadas, não houve diferença significativa entre os grupos ($p=0,179$) para nenhum dos tempos de aplicação de ar para evaporação do solvente. O mesmo comportamento observado com nos grupos do adesivo SB com e sem própolis.

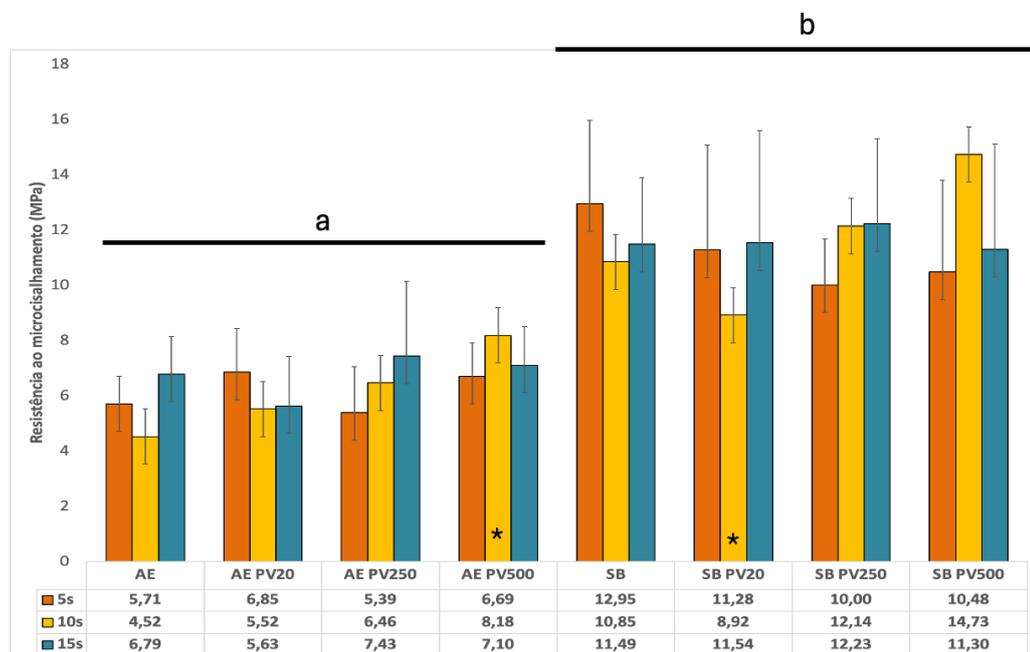
O modo de fratura predominante em todos os grupos foi fratura adesiva, seguido de fraturas mistas.

Gráfico 1 - Resistência média da interface adesiva ao cisalhamento dos adesivos testados em função do tempo de aplicação do jato de ar para evaporação do solvente.



O tempo de aplicação do jato de ar nos parâmetros testados não interferiu significativamente na resistência de união. **AE PV20**: AE com própolis 20 μ g/mL; **AE PV250**: AE com própolis 250 μ g/mL; **AE PV500**: AE com própolis 500 μ g/mL; **AE**: AE sem própolis; **SB PV20**: SB com própolis 20 μ g/mL; **SB PV250**: SB com própolis 250 μ g/mL; **SB PV500**: SB com própolis 500 μ g/mL; **SB**: SB sem própolis.

Gráfico 2 – Resistência média (MPa) e desvio padrão da resistência adesiva ao cisalhamento.



Houve interação significativa entre os adesivos testados ($p = 0,001$). Letras ou símbolos diferentes indicam diferença significativa entre os grupos ($p \leq 0,05$). **AE PV20**: AE com própolis 20 μ g/mL; **AE PV250**: AE com própolis 250 μ g/mL; **AE**

PV500: AE com própolis 500µg/mL; **AE:** AE sem própolis; **SB PV20:** SB com própolis 20µg/mL; **SB PV250:** SB com própolis 250µg/mL; **SB PV500:** SB com própolis 500µg/mL; **SB:** SB sem própolis.

Tabela 1 - Resistência média (MPa) e desvio padrão da resistência adesiva ao cisalhamento

| ADESIVOS | RESISTÊNCIA AO CISALHAMENTO (MPa) | | | | | |
|-----------------|-----------------------------------|-------------------------|-----------------------|--------------------------|-----------------------|-------------------------|
| | 5s | | 10s | | 15s | |
| | Média ± Desvio Padrão | | Média ± Desvio Padrão | | Média ± Desvio Padrão | |
| AE PV20 | 6,85 | ± 1,58 ^{ABCD} | 5,52 | ± 2,09 ^{AB} | 5,63 | ± 1,80 ^{AB} |
| AE PV250 | 5,39 | ± 1,66 ^{AB} | 6,46 | ± 1,80 ^{ABC} | 7,43 | ± 2,71 ^{ABCDE} |
| AE PV500 | 6,69 | ± 1,22 ^{ABC} | 8,18 | ± 1,77 ^{ABCDEF} | 7,10 | ± 1,39 ^{ABCD} |
| AE | 5,71 | ± 0,98 ^{AB} | 4,52 | ± 1,43 ^A | 6,79 | ± 1,35 ^{ABCD} |
| SB PV20 | 11,28 | ± 3,79 ^{EFGH} | 8,92 | ± 2,21 ^{BCDEFG} | 11,54 | ± 4,07 ^{EFGH} |
| SB PV250 | 10,00 | ± 1,66 ^{CDEFG} | 12,14 | ± 5,15 ^{FGH} | 12,23 | ± 3,07 ^{FGH} |
| SB PV500 | 10,48 | ± 3,31 ^{CDEFG} | 14,73 | ± 4,76 ^H | 11,30 | ± 3,81 ^{EFGH} |
| SB | 12,95 | ± 3,02 ^{GH} | 10,85 | ± 3,09 ^{DEFGH} | 11,49 | ± 2,41 ^{EFGH} |

No gráfico 2, houve interação significativa entre os adesivos testados ($p = 0,001$). Letras maiúsculas distintas indicam diferença significativa entre os grupos ($p \leq 0,05$). **AE PV20:** AE com própolis 20µg/mL; **AE PV250:** AE com própolis 250µg/mL; **AE PV500:** AE com própolis 500µg/mL; **AE:** AE sem própolis; **SB PV20:** SB com própolis 20µg/mL; **SB PV250:** SB com própolis 250µg/mL; **SB PV500:** SB com própolis 500µg/mL; **SB:** SB sem própolis.

6. DISCUSSÃO

A análise da resistência de união adesiva e o desempenho de um sistema adesivo envolvem testes de resistência mecânica, dentre eles, está o ensaio de

microcislamento.¹³ Nesse estudo a técnica foi usada para avaliar a resistência de união ao microcislamento, em dentina profunda, após adicionar própolis vermelha em um adesivo experimental (AE) e um adesivo comercial (SB).

Adesivos dentinários têm se tornado um dos mais intrigantes biomateriais em ciências da saúde. Entretanto, vários obstáculos ainda precisam ser contornados para se alcançar o desenvolvimento de adesivos que sejam eficientes em esmalte e em dentina, produzindo restaurações duráveis e com bom selamento marginal.¹⁴

Com relação ao aspecto funcional, o comprometimento do selamento marginal das restaurações de resina composta permite a passagem de bactérias, substâncias químicas, fluidos, moléculas ou íons entre as paredes cavitárias e o material restaurador. Esse mecanismo denominado microinfiltração marginal, proveniente de fendas geradas na interface dente material restaurador, traz como consequências a sensibilidade pós-operatória, cárie secundária, manchamento marginal e injúrias pulpares, originando o fracasso precoce das restaurações.¹⁵ A microinfiltração ainda é um dos motivos mais citados para o insucesso de restaurações de resina composta.¹⁶

O adesivo muitas vezes serve como uma barreira entre as lacunas na margem da restauração entre dente e o material restaurador, evitando a microinfiltração e a consequente degradação que bactérias, fluidos orais e enzimas bacterianas produzem.¹⁷ Portanto, a busca por adesivos que promovam bom selamento é muito importante. A própolis vermelha de Alagoas tem mostrado melhorar a interface adesiva reduzindo a nanoinfiltração.¹²

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 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, serve como uma barreira natural para proteger a colmeia de parasitas, bactérias e vírus invasores.¹⁸⁻¹⁹ Alguns estudos comprovaram suas propriedades antibacteriana, fungicida, anti-inflamatória, analgésica, cicatrizante, antiviral, anestésica, antioxidante, imuno-estimulatória e antitumoral. Na

Odontologia, as pesquisas sobre a própolis abrangem diversas áreas demonstrando o valor e a aplicabilidade deste produto no tratamento e prevenção de problemas bucais.^{20,10}

A própolis possui características de uma cera resinosa, tornando-a hidrofóbica por conter ácidos graxos que podem dificultar a passagem de fluídos através dos túbulos presentes na dentina favorecendo, assim, um melhor selamento dentinário.²¹ Aumentando-se a concentração de monômeros hidrofóbicos dentro da camada hidrofílica, na interface de união, reduz-se a sua afinidade para a água, melhorando as suas propriedades físicas.²⁰ Estudos mostraram que os flavonóides presentes na composição da própolis estimulam a dentinogênese reparativa, que acredita-se contribuir para o processo de oclusão dos túbulos dentinários.¹¹

A adição da própolis vermelha de Alagoas no adesivo comercial no referido estudo, se baseou, principalmente, nas propriedades antioxidante, antiinflamatória e antimicrobiana da própolis, a fim de incorporar os benefícios decorrentes daquelas atividades ao sistema adesivo e contribuir para o sucesso da conduta operatória do cirurgião dentista.

Nesse estudo, aplicamos o adesivo sobre dentina bovina profunda, com remanescente, em média, de 0,5mm. Não temos resultados na literatura com esse adesivo experimental, por isso não é possível fazer comparações. Mas, os resultados de resistência ao microcislamento com o adesivo comercial Single Bond 2 (3M/ESPE), aplicado em dentina profunda (2mm abaixo do limite amelo-dentinário), mostram valores de resistência adesiva de 9,33 MPa. Em mais de 50% (7/12), dos grupos testados nesse estudo, observou-se valores semelhantes. O estudo de Argolo et al. (2012)²² mostrou valores de 7,3 MPa para o mesmo adesivo, usando um tempo de evaporação do solvente de 10s. O adesivo utilizado nesses estudos contém etanol-água como solvente, semelhante ao AE usado nesse estudo.

Nesse estudo não se observou diferença entre alguns grupos de adesivos SB com própolis com relação ao SB puro, entretanto, isso não representa uma característica negativa nos resultados do estudo, uma vez que é desejável que ao se adicionar outros componentes em um sistema adesivo já balanceado, os resultados sejam mantidos ou melhorados. Embora testar a atividade antimicrobiana e antiinflamatória dos adesivos com própolis não tenham sido objetos desse estudo, é

de se esperar que os novos adesivos apresentem essas atividades biológicas. Para isso serão necessários estudos direcionados *in vitro*, e em seguida, ensaios clínicos, a fim de dirimir dúvidas acerca das propriedades biológicas do adesivo com própolis.

Algumas dificuldades no uso de dentes humanos em pesquisa devem ser consideradas: (1) dificuldade de se obter quantidade suficiente e qualidade adequada; (2) controlar a idade do doador; (3) área relativamente pequena limita a superfície para alguns testes específicos, que requerem superfícies planas e de espessura uniforme; (4) questões éticas.²³ Por isso, substratos alternativos como dentes bovinos têm sido muito utilizados.^{13,23,24,25} Em vista disso, muitos estudos têm usado substratos alternativos não humanos, uma vez que os dentes humanos podem ser difíceis de se obter em grandes quantidades de fontes controladas. Além disso, os dentes humanos apresentam áreas relativamente restritas de esmalte e dentina, têm riscos de infecções e preocupações éticas.²⁵

Dentes bovinos podem ser considerados substitutos adequados para dentes humanos em testes de resistência adesiva, tanto em esmalte quanto em dentina.²⁴ No entanto, Yassen et al (2011)²³ advertem que diferenças na morfologia, composição química e propriedades físicas, devem ser consideradas quando os resultados, de qualquer experimento usando dentes bovinos, são interpretados.

A efetiva união adesiva entre dente e material restaurador tem sido otimizada de forma constante, em função do desenvolvimento de técnicas e materiais restauradores adesivos. A performance e a longevidade desta união podem ser verificadas por meio de testes de resistência de união, que podem ser macro ou micro, dependendo do tamanho da área de união.²⁶

Os ensaios de resistência de união mais frequentemente utilizados são aqueles que avaliam o desempenho de sistemas adesivos. Uma união durável entre materiais restauradores poliméricos e as estruturas duras dentais é um importante parâmetro para o sucesso de restaurações dentais; para determinar o desempenho de um sistema adesivo, sua resistência mecânica é usualmente mensurada pela determinação da resistência de união ao cisalhamento e/ou à tração.²⁷

A resistência de união entre material resinoso e substrato dentário pode ser medida por diversos métodos, como o de cisalhamento e tração. Esses testes se baseiam na aplicação de uma força, que cria tensões na interface de união até que

uma falha seja observada. O teste de força de união é definido como o teste mecânico projetado para medir a tensão necessária para interromper a ligação entre dois materiais.²⁸

O teste de cisalhamento é um dos mais simples e amplamente utilizado. Neste 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 4mm são necessários. Este espécime é unido a um substrato plano por meio de um adesivo.²⁹

O ensaio de microtração e microcisalhamento estão muito presentes em estudos que avaliam resistência adesiva de materiais, pois permite resolver alguns problemas dos tradicionais ensaios de cisalhamento e tração, sobretudo no que diz respeito à redução da ocorrência de falhas coesivas que dificultariam a mensuração de valores reais de resistência adesiva. Os resultados encontrados na literatura demonstraram uma significativa superioridade nos valores de resistência dessa técnica em relação à tração convencional, além de uma menor ocorrência de falhas coesivas. Foi observado nos dados coletados deste estudo a presença predominante, em todos os grupos da fratura adesiva; seguido pelas fraturas mistas.³⁰⁻³¹ Este aspecto é extremamente importante quando se deseja mensurar a resistência adesiva de materiais, pois, de acordo com Shono et al. (1997)³⁰ as fraturas coesivas em dentina e resina ocorrem de forma prematura, antes que se atinja a força máxima necessária para provocar a ruptura da interface adesiva.

Os valores de resistência adesiva expressos em MPa são calculados a partir da força aplicada no momento da ruptura sobre a área da interface (força/área). Portanto, é de se esperar que, reduzindo-se a área, que é o denominador da fração, mesmo que a força aplicada seja a mesma, o valor final de resistência adesiva será maior.³¹⁻³² Para a realização dessa pesquisa foram usados microcilindros de resina composta com 0,7 mm de diâmetro, o que proporcionou uma área reduzida de contato com a dentina do dente bovino, gerando resultados mais fidedignos.

O teste de microcisalhamento combina a facilidade de manipulação com a capacidade de obtenção de vários espécimes a partir de um único dente. Entretanto, um cilindro muito fino de resina composta com um diâmetro de 0,7mm unido à uma camada fina de adesivo pode resultar em variável e não uniforme distribuição de

condições de carga, e produzir resultados mais baixos quando comparados à resistência à microtração.³³ Isso é corroborado observando-se os resultados dessa pesquisa, cujos valores médios de resistência ao cisalhamento variaram de 10,85 a 12,95 MPa no grupo controle (adesivo SB sem própolis) e de 8,92 a 14,73 MPa nos grupos SB com própolis.

7. CONCLUSÃO

Os tempos testados, nesse estudo, para remoção do solvente residual dos adesivos dentinários com própolis não influenciou na resistência adesiva imediata ao microcisalhamento.

8. REFERÊNCIAS

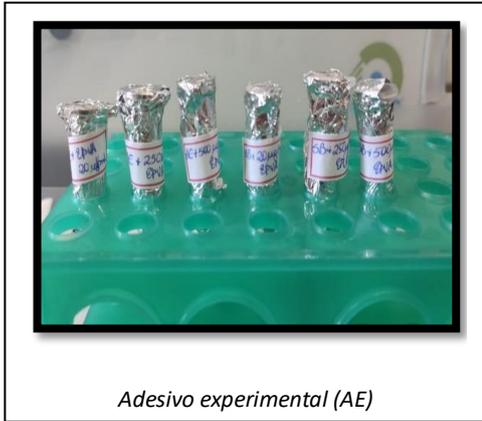
1. Matos KF, Lavor LQ, Fontes NM. Análisis de diferentes sistemas adhesivos en estudios in vitro: una revisión Analysis of different adhesive systems in in vitro studies: a review. Arch Health Invest. 2021;10(4):647-653.
2. Donassollo TA, Lima FG, Rodrigues-Junior AS, Coelho-de-Souza FH, Demarco FF. Adesão aos substratos dentários e seus principais aspectos: uma revisão da literatura. Revista Stomatos. 2010;16 (31):55-68.
3. Oliveira HKC et al. Union endurance of adhesive systems in humid dentin and dry dentin: integrative review. Research, Society and Development. 2021;10(4).
4. Almeida RB, Resende AM, Santos APM. Evaluation of the marginal sealing capacity of the enamel and the dentin using different adhesive systems and superficial treatments. Revista Braz Dent Sci. 2009;12 (4): 52-58.
5. Samartzi T K, Papalexopoulos D, Sarafianou A, et al. Immediate Dentin Sealing: A Literature Review. Clinical, Cosmetic and Investigational Dentistry. 2021;13: 233–256.
6. Miranda IB, Silva LRC, Nascimento F, et al. A importância da selagem imediata da dentina: uma revisão narrativa da literatura. Revista Scientia Generalis. 2021;2(1):77-84.

7. Sousa JHP, Moro AFV. Primer Solvents: literature review. *Rev. bras. odontol.* 2014;71(1):80-4.
8. Lobo JS, Nery MM, Beatrice LCS, Moreira JF, Braz R. Influence of Drying Temperature and Application Time of Self-etch Adhesive Systems on Marginal Microleakage. *Pesq Bras Odontoped Clin Integr.* 2012;12(3):331-36.
9. Campos MIC, Campos CN, Vitral RWF. O Uso de Dentes Bovinos como Substitutos de Dentes Humanos em Pesquisas Odontológicas: Uma Revisão da Literatura. *Pesquisa Brasileira em Odontopediatria e Clínica Integrada.* 2008;8(1):127-132.
10. Abbasi AJ, Mohammadi F, Bayat M, et al. Aplicações da própolis em odontologia: uma revisão. *Revista Ethiop J Health Sci.* 2018;28(4):509.
11. Chen CL, Parolia A, Pau A, Porto ICCM. Comparative evaluation of the effectiveness of desensitizing agents in dentine tubule occlusion using scanning electron microscopy. *Australian Dental Journal.* 2015;60: 65–72.
12. Porto ICCM, et al. Polyphenols and Brazilian red propolis incorporated into a total-etching adhesive system help in maintaining bonding durability. *Heliyon.* 2021;7(2):e06237.
13. Gadonski et al. Avaliação do efeito de soluções de armazenamento sobre a resistência da união adesiva à dentina de dentes bovinos sob microcisalhamento – pesquisa in vitro. 2018; *Rev Odontol UNESP.* 2018;47(6): 354-359.
14. Perdigão, J. Current perspectives on dental adhesion: (1) Dentin adhesion – not there yet. *Japanese Dental Science Review.* 2020;56(1) 190–207.
15. Kina M, Lopes GC, Junior SM. Influência do uso do selante de superfície na microinfiltração e no manchamento de restaurações de resina composta. *RPG Rev Pós Grad.* 2011;18(3):148-53.
16. Pires LGS, Lopes MABS, Verde GMFL, Brito JV, Bandeira LPS. Microleakage bulk fill resins: critical review. *Brazilian Journal of Implantology and Health Sciences.* 2023; 5(4):225-234.
17. Spencer P, Ye Q, Song L, Parthasarathy R, Boone K, Misra A, Tamerler C. Threats to adhesive/dentin interfacial integrity and next generation bio-enabled multifunctional adhesives. *J Biomed Mater Res Part B.* 2019;00B:1–11.

18. Dausch A, Fort P, Park YK. Brazilian red propolis—chemical composition and botanical origin. *Evid Based Complement Alternat Med*. 2008; 5:435-441.
19. 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.
20. Almeida DC, Alves DCB, Júnior Ijj, Mendonça SMS, Propolis in dentistry: an approach of their various clinical applications. *International journal of science dentistry* | available online <http://www.ijosd.uff.br>. 2016.
21. Lustosa SR, Galindo AB, Nunes LCC, et al. Própolis: atualizações sobre a química e a farmacologia. *Revista Brasileira de Farmacognosia*. 2008; 18(3):447-454.
22. Argolo S, et al. Effect of increased dwell times for solvent evaporation on the bond strength and degree of conversion of an ethanol-based adhesive system. *Acta Odontol. Latinoam*. 2012;25(1):109-113.
23. Yassen et al. Bovine teeth as substitute for human teeth in dental research: a review of literature. *Journal of Oral Science*. 2011;53(3) 273-282.
24. Soares et al. Bond strength studies: A systematic review and meta-analysis of in vitro studies. *Dental Materials*. 2016;32:1385–1393.
25. Matos IC, Bader Sab TB, Juliboni NC, Guerra RF, Miranda MS. Bovine teeth as possible substitute to human teeth in laboratory studies: current findings reviewed. *Rev Odontol*. 2008; 10(2):58-63.
26. Thiesen KPPR, et al. Diferentes áreas adesivas afetam a resistência de união ao microcissalhamento? 2017; 19(2)179-185.
27. Garcia RN et al. Bond strength of two self-etching adhesive systems – Review of the literature and application of the microshear test. *RSBO*. 2007; 4 (1).
28. Carvalho EC, Gouvêa JP, Teixeira AB, et al. Two and three-dimensional finite element method to investigate failure mode from shear and micro-shear tests on dental restorations. *Revista Matéria*. 2021; 26 (4).
29. Garcia FCP, D’Alpino PHP, Terada RSS, Carvalho RM. Mechanical tests for laboratory evaluation of resin/dentin bonding. *Rev Fac Odontol Bauru*. 2002; 10(3):118-27.

30. Shono Y, Terashita M, Pashley EL, Brewer PD, Pashley DH. Effects of cross-sectional area on resin-enamel tensile bond strength. *Dent Mater.* 1997;13(5):290-6.
31. Ribeiro JCV, Vale MS, Silva MM, Fernandes CA. Ensaio de microtração na avaliação da resistência adesiva: fundamentos e aplicações. *Rev Gaúcha Odontol.* 2013; 61: 497-504.
32. El Zohairy AA, Gee AJ, Jager N, van Ruijven LJ, Feilzer AJ. The influence of specimen attachment and dimension on microtensile strength. *J Dent Res.* 2004;83(5):420-4.
33. Van Meerbeek B, et al. Relationship between bond-strength tests and clinical outcomes. *Dental Materials.* 2010; 26(2): 100-121.

9. APÊNDICES



Adesivo experimental (AE)



Adesivo comercial (SB)



Incisivos bovinos hígidos



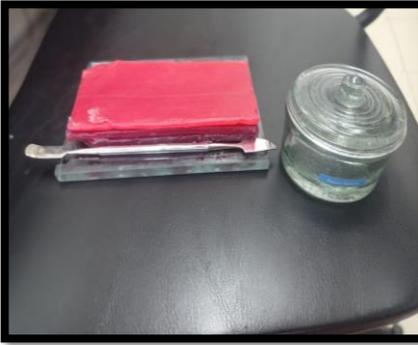
Remoção de debris (tecido mole e osso alveolar)



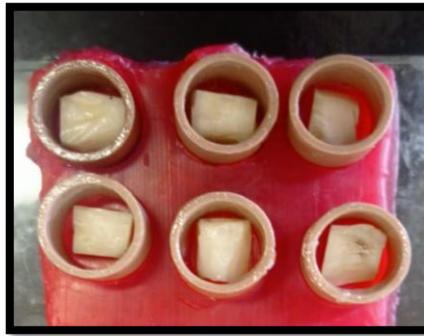
Limpeza com pedra pomes e água



Separação das raízes da coroa



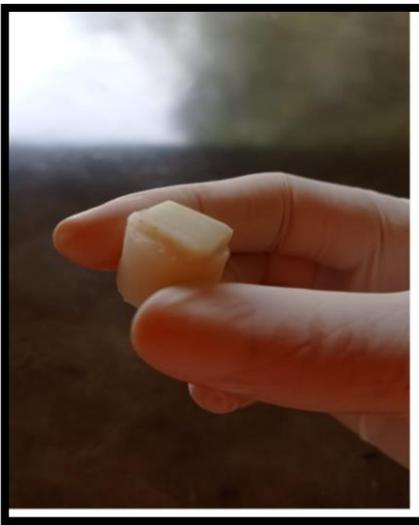
Placa de vidro coberta com cera utilidade



Fixação com matriz cilíndrica de PVC



Embutimento em resina acrílica autopolimerizável



Face vestibular voltada para fora



Planificação da face vestibular



Lixa de carbeto de silícios



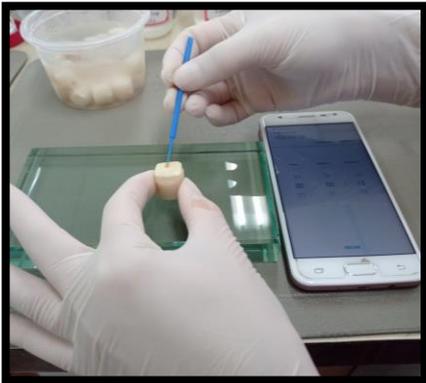
G1: AEPV20 G5: SBPV20
G2: AEPV250 G6: SBPV250
G3: AEPV500 G7: SBPV500
G4: AE (Controle) G8: SB (Controle)



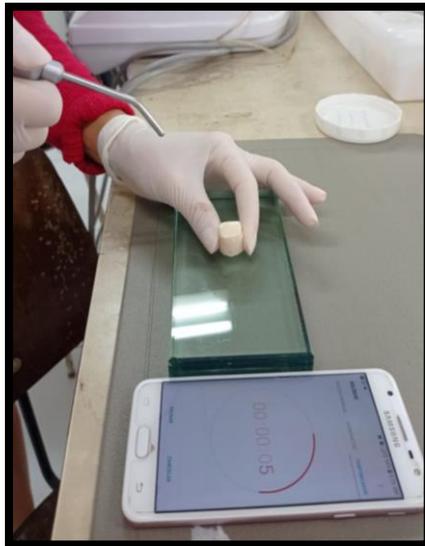
Condicionamento com ácido fosfórico 37%



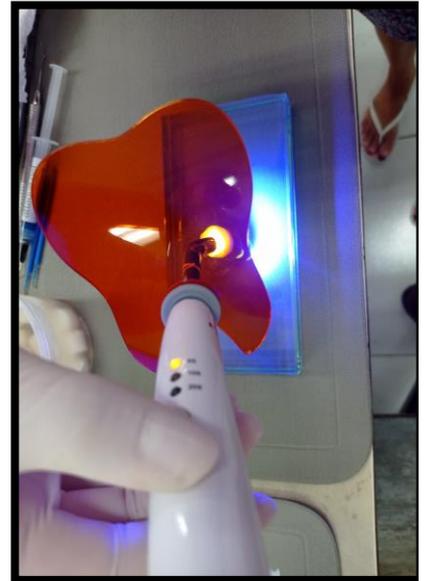
Secagem com papel filtro



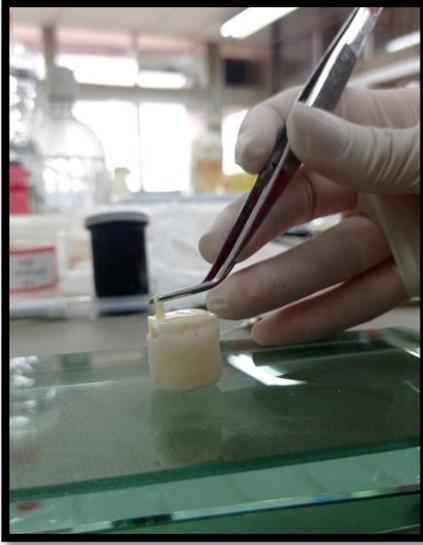
Aplicação do adesivo



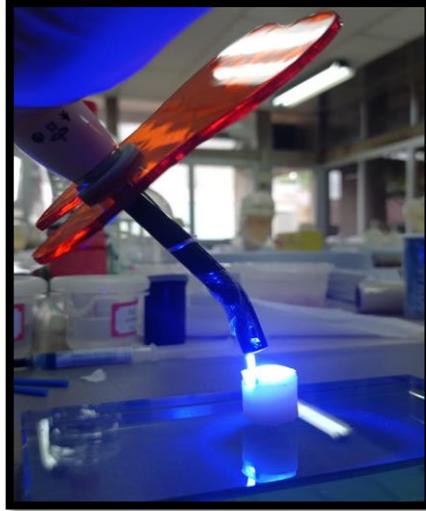
Aplicação de leve jato de ar



Fotoativação com fonte LED



Colagem dos microcilindros



Fotoativação com fonte LED



Depois de mantidos por 24h em água destilada



Dispositivo de microcisalhamento



Máquina de testes mecânicos