

## Efeito da adição de um sal de iodônio e amina terciária na resistência coesiva, grau de conversão e citotoxicidade em um adesivo experimental

CAMILA PERELLÓ FERRÚA<sup>1</sup>; FERNANDA BARBOSA LEAL<sup>2</sup>; RODRIGO VARELLA DE CARVALHO<sup>2</sup>; FABRICIO AULO OGLIARI<sup>2</sup>; FLÁVIO FERNANDO DEMARCO<sup>2</sup>; FERNANDA NEDEL<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Universidade Federal de Pelotas – [camila\\_perello@hotmail.com](mailto:camila_perello@hotmail.com)

<sup>2</sup>Universidade Federal de Pelotas – [fernandableal@gmail.com](mailto:fernandableal@gmail.com)

<sup>2</sup>Universidade Federal de Pelotas – [rodrigo.varella@gmail.com](mailto:rodrigo.varella@gmail.com)

<sup>2</sup>Universidade Federal de Pelotas – [oqliari@gmail.com](mailto:oqliari@gmail.com)

<sup>2</sup>Universidade Federal de Pelotas – [ffdemarco@gmail.com](mailto:ffdemarco@gmail.com)

<sup>3</sup>Universidade Católica de Pelotas – [fernanda.nedel@gmail.com](mailto:fernanda.nedel@gmail.com)

### 1. INTRODUÇÃO

As resinas de baixa viscosidade são amplamente utilizadas na odontologia como agentes adesivos que unem materiais dentários resinosos ao substrato dentário. A longevidade das restaurações depende da durabilidade desta união entre os sistemas adesivos e o tecido dentário (OGLIARI et al., 2006), contudo, os mesmos ainda não atingiram as condições ideais, uma vez que apresentam grande sensibilidade técnica e sofrem redução da resistência adesiva com o passar do tempo e na presença de umidade (COELHO DE SOUSA et al., 2006).

O acréscimo de aminas terciárias como o etil 4-dimetilamino benzoato (EDAB) tem trazido melhoria na qualidade de sistemas adesivos, uma vez que estas são eficazes em doar prótons para fotoiniciadores e assim gerar radicais livres, eliminando o efeito de cadeia provocada pela excitabilidade da canforaquinona (CQ). A presença de um sal de iodônio como o difeniliodônio hexafluorofosfato (DPIHFP) como co-iniciador também tem se mostrado eficaz, pois, mesmo em concentrações baixas, mostrou um significativo efeito na conversão de monômeros (OGLIARI et al., 2008).

No entanto, a polimerização de materiais dentários resinosos é incompleta em condições clínicas (SCHWEIKL et al., 2001). Além disso, monômeros resinosos têm sido identificados como agentes químicos capazes de quebrar a estabilidade da balança redox da célula, resultando em um aumento nos níveis de oxigênio reativo (ROS), levando a morte celular via apoptose. (SCHWEIKL & SPAGNUOLO et al., 2006).

Portanto, o objetivo do presente estudo foi avaliar a citotoxicidade, o grau de conversão e a resistência coesiva de um sistema adesivo experimental contendo um sistema de fotoiniciação ternário (fotoiniciador, amina terciária e sal de iodônio), frente a dois tempos de polimerização.

### 2. METODOLOGIA

#### 2.1 Ensaio de resistência coesiva

Para cada grupo foram confeccionados 5 corpos de prova com formato de ampolhetas com constrição aproximada de 0,5x1mm. A resina foi dispensada na matriz e fotoativada por 10 e 20s com fotopolimerizador de lâmpada halógena. Os corpos de prova foram armazenados e mantidos em temperatura ambiente por 24 horas, após esse período foram mensurados com paquímetro digital e fixados com cola de cianoacrilato em um dispositivo próprio para ensaio de resistência

coesiva. O ensaio de resistência coesiva foi realizado em máquina de ensaios mecânicos (DL-500; Emic, Pelotas, RS, Brasil) na velocidade de 0,5 mm/min. Os valores de resistência coesiva foram calculados em MPa e submetidos a Análise de Variância segundo dois critérios e ao teste de comparações múltiplas de Tukey ( $p < 0,05$ ).

## 2.2 Ensaio de grau de conversão

O grau de conversão dos materiais experimentais foi avaliado usando um espectrômetro infravermelho com a Transformada de Fourier (Shimadzu Prestige21 spectrometer, Shimadzu, Japão). Um suporte foi acoplado ao espectrofotômetro fixando a unidade de luz e padronizando, em 5 mm, a distância entre a extremidade da ponteira de fibra ótica e a amostra. Foi utilizado o software IRSolution do modelo de monitoramento de varredura, usando a apodização Happ-Genzel, em uma faixa espectral entre 1750 e 1550  $\text{cm}^{-1}$ , resolução de 8  $\text{cm}^{-1}$  e velocidade de deslocamento de espelho de 2.8mm/s. As amostras (3 $\mu\text{L}$ ) foram colocadas diretamente sob o cristal de ZnSe e receberam foto-ativação por 10 e 20 seg.

## 2.3 Ensaio de Citotoxicidade

Foram confeccionados 24 corpos de prova para cada um dos grupos (G2, G3, G4 e G5, CQ (G1) não foi capaz de gerar corpos de prova. As amostras foram realizadas em triplicata, num total de noventa e seis amostras. Cada amostra foi feita em matriz de silicone de 5 mm de diâmetro e 2 mm de espessura. Os adesivos foram dispensados na matriz e fotoativados por 10 e 20 segundos, distante 5 mm da matriz. As amostras foram submetidas a dois tempos diferentes de polimerização (10 e 20 s) e incubadas com 1 mL de meio de cultivo DMEM num eppendorf, em uma atmosfera de 95% de ar umidificado e CO<sub>2</sub> a 5%, durante 1, 3, 5 e 7 dias. Após o tempo de contato entre as amostras e DMEM, o eludato que formaram as triplicatas foram unidos e filtrados.

Uma suspensão de fibroblastos de camundongos (NIH/3T3) foi preparada em uma concentração de  $2 \times 10^4$  células por mL e distribuídas em uma placa (200  $\mu\text{L}$ /poço) de cultura celular (ELISA) de 96 poços. A placa foi incubada a 37°C, em ar a 5% CO<sub>2</sub> por 24 horas. Após este período o meio de cultura foi removido dos poços e volumes iguais (200  $\mu\text{L}$ ) do material experimental foram adicionados em cada poço. Nos poços controles, 200  $\mu\text{L}$  de DMEM serão adicionados. Após a remoção dos eludatos testes, 200  $\mu\text{L}$  de meio de cultura e 20  $\mu\text{L}$  de MTT (sal tetrazolium [3-(4,5-dimetiltiazol-2-yl)-2,5-difeniltetrazolium brometo]) foi adicionado em cada poço e mantido em incubadora por 4 horas a 37°C. Então o MTT foi aspirado e 200  $\mu\text{L}$  de dimetilsulfóxido (DMSO) foram adicionados a cada poço. Subsequentemente, a absorbância a 240 nm foi medida usando um espectrofotômetro.

## 3. RESULTADOS E DISCUSSAO

As pesquisas em odontologia tem se voltado para estudos sobre fotoiniciadores na tentativa de obter sistemas adesivos mais eficientes, com melhor fotossensibilidade, alto grau de conversão, bem como adequadas propriedades mecânicas (Ogliari et al., 2008).

Em nosso estudo não foi possível obter resultados para o G1, composto exclusivamente por CQ, quanto a sua citotoxicidade e resistência coesiva por

dificuldades em obtenção de corpos de prova. Estudos sugerem que quando a CQ é o único fotoiniciador do sistema adesivo, a reação de polimerização é lenta. Dessa forma, a incorporação de um co-iniciador como uma amina terciária ou um sal de iodônio, ainda que em baixas concentrações, promove aumento da taxa de polimerização, apontando para eficiência na polimerização dos monômeros (Ogliari et al., 2007).

Nossos resultados mostram que a incorporação do DPI foi capaz de interferir significativamente no grau de conversão dos grupos testes. Observou-se que ambos os grupos com DPI, G4 e G5, independente da concentração, obtiveram valores semelhantes entre si, e maiores que G1, G2, e G3. Conforme esperado, G1 foi o grupo que apresentou menores valores. Em relação ao tempo de foto ativação, constatou-se que após 20 segundos, todos os grupos avaliados mostraram aumento no grau de conversão.

Considerando-se que o grau de conversão está intimamente relacionado com a ligação cruzada dos polímeros, (SIDEROU et al., 2003) pode-se afirmar que um maior grau de conversão é requerido para um polímero mais resistente. Entretanto, um aumento nos valores no teste de grau de conversão pode afetar significativamente a biocompatibilidade do sistema adesivo, podendo assim ocasionar efeitos negativos sob o tecido pulpar (DEMARCO, et al., 2001). Sendo assim, nossos dados incitam cuidados haja vista o aumento do grau de conversão encontrado nos grupos onde o DPI foi incorporado. Além disso, viu-se que os os grupos contendo DPI mostraram uma leve citotoxicidade quando comparados com o grupo controle, sendo  $G3 < G2 = G4 = G5$ . No entanto, não houve diferença estatística quanto ao tempo de incubação do eludato e de polimerização.

Atualmente, a sensibilidade técnica do operador e a redução da resistência adesiva com o passar do tempo (COELHOS DE SOUSA et al., 2006), ainda são aspectos que devem ser estudados haja vista a busca por materiais de comportamento ideal, que melhor se adaptem a cavidade oral. Dessa forma, justifica-se analisar a resistência coesiva dos adesivos experimentais. Observou-se que a presença de DPI é capaz de aumentar a RC após 10s.

#### 4. CONCLUSÕES

Conclui-se que a presença de DPI aumenta a reatividade do sistema de fotoiniciação, o GC e a qualidade do polímero formado após 10s de fotoativação, contudo o mesmo apresentou uma leve citotoxicidade quando comparado com o grupo controle.

#### 5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

COELHOS DE SOUZA, F.H. Efeito da técnica restauradora, do tipo de preparo e do envelhecimento de restaurações de resina composta sobre a resistência à fratura dental, resistência adesiva e vedamento marginal. 2006. Tese. Curso de Pós Graduação em Odontologia - Universidade Federal de Pelotas.

DEMARCO, F.F.; TARQUINIO, S.B.C.; JAEGER, M.M.M; DE ARAUJO, V.C. MATSON, E. Pulp response and cytotoxicity evaluation of 2 dentin bonding agents. **Quintessence International**. v.32, p.211–220. 2001.

OGLIARI, F.A.; DE SORDI, M.L.; CESCHI, M.A.; PETZHOLD, C.L.; DEMARCO, F.F.; PIVA, E. 2,3-Epithiopropyl methacrylate as functionalized monomer in a dental adhesive. **J Dent.**; v.34, n.7, p.472-477. 2006.

OGLIARI, F.A.; ELY, C.; LIMA, G.S.; CONDE, M.C.M.; PETZHOLD, C.L.; DEMARCO, F.F.; PIVA, E. Onium Salt Reduces the Inhibitory Polymerization Effect From an Organic Solvent in a Model Dental Adhesive Resin. **Journal of Biomedical Materials Research Part B: Applied Biomaterials.** 2007.

OGLIARI, F.A.; ELY, C.; PETZHOLD, C.L.; DEMARCO, F.F.; PIVA, E. Onium salt improves the polymerization kinetics in an experimental dental adhesive resin. **Journal of Dentistry.** v.35, p.583-587, 2008.

SCHWEIKL, H., SCHMALZ, G., SPRUSS, T. The induction of micronuclei in vitro by unpolymerized resin monomers. **J Dent Res.** v.80, n.7, p.1615-1620, 2001.

SCHWEIKL, H., HARTMANN, A., HILLER, K.A.; SPAGNUOLO, G.; BOLAY, C.; BROCKOFF, G., SCHMALZ, G. Inhibition of TEGDMA and HEMA-induced genotoxicity and cell cycle arrest by N-acetylcysteine. **Dent Mater.** 2006.

SIDERIDOU, I.; TSERKI, V.; PAPANASTASIOU, G. Study of water sorption, solubility and modulus of elasticity of light-cured dimethacrylate-based dental resins. **Biomaterials.** v.24, p:655–665, 2003.