

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL  
FACULDADE DE ODONTOLOGIA

LAISA CRUZETTA

AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS E ANTIBACTERIANAS DE  
UM ADESIVO COM INCORPORAÇÃO DE NIOBATO DE LÍTIO

Porto Alegre

2018

LAISA CRUZETTA

AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS E ANTIBACTERIANAS DE  
UM ADESIVO COM INCORPORAÇÃO DE NIOBATO DE LÍTIO

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao Curso de Graduação em Odontologia da Faculdade de Odontologia da Universidade Federal do Rio Grande do Sul, como requisito parcial para obtenção do título de Cirurgiã-Dentista.

Orientador: Vicente Castelo Branco Leitune

Porto Alegre

2018

## AGRADECIMENTOS

Aos meus pais, **Maria Roseli Cruzetta** e **Valdomiro Cruzetta**, por sempre acreditarem em mim, por me apoiarem em todas as minhas escolhas, sempre dando todo o suporte emocional e financeiro para que eu chegasse até aqui. Vocês são demais, obrigada.

A minha irmã **Laura Cruzetta**, por torcer sempre por mim e, mesmo distantes agora, ser a pessoa que sei que poderei contar até o fim da minha vida.

A minha prima, irmã e grande amiga **Paula Cruzetta**, nossa conexão de alma é demais, tu és essencial na minha vida.

A minha amada dinda **Cassandra Cruzetta**, minha segunda mãe, tu és e sempre foi um exemplo de pessoa pra mim. Muito obrigada por todo amor e educação que me destes. Devo muito do que sou a ti.

Ao meu dindo, **Luis Carlos Cruzetta**, por todo amor, apoio e por sempre acreditar em mim.

Ao meu namorado, **Tiago Cirne Lima**, por todo o companheirismo, compreensão, apoio, amor, parceria... Enfim, tu foste essencial na minha vida nos últimos anos.

A família Cirne Lima, **Simone** e **Zeca**, por todo o apoio, incentivo e carinho.

Ao meu avô **Afonso Cruzetta**, por ser exemplo de honestidade, humildade e perseverança. Obrigada por todo o amor que o senhor sempre me deu.

A minha querida vó **Regina**, que mesmo longe sempre me transmitiu muito amor e carinho.

A minha avó **Anadir**, que mesmo nunca ter estado presente de carne e osso, sempre senti sua presença durante toda a minha vida.

Ao meu querido avô **David**, a memória de seu amor e sua alegria estará para sempre comigo.

As minhas eternas amigas do Sagrado: **Ana Paula**, **Bruna Laila**, **Amanda Carolina**, **Marina** e **Mahine**. A amizade de vocês é muito importante na minha vida, não sei o que seriam dos meus dias sem nossas conversas e fofocas diárias, sem o apoio e amizade de vocês!

As minhas amigas que a faculdade me deu e que levarei para o resto da vida, **Ana Helena**, **Rafaela** e **Paula**. Vocês fizeram esses 5 anos de faculdade muito melhores, obrigada pela parceria e companheirismo sempre.

Ao meu orientador, **Prof. Dr. Vicente Leitune**, por toda a paciência, calma, nunca hesitando em me ajudar sempre que precisei, e a todo o ensinamento durante meus anos de iniciação científica até a conclusão do meu tcc.

Ao professor **Prof. Dr. Fabrício Collares**, por todos ensinamentos e apoio que contribuíram muito para meu amadurecimento como aluna e pessoa.

A todos os meus colegas do Laboratório de Materiais Dentários, pela parceria e ajuda que me deram durante todos os anos de iniciação científica.

Às mestras **Isadora Garcia** e **Gabriela Balbinot** por todo o tempo que dedicaram a me ajudar durante todos os meus anos de laboratório, por todo conhecimento e experiências compartilhadas.

A todos os professores da faculdade de Odontologia da UFRGS.

## RESUMO

O objetivo do presente estudo foi desenvolver, caracterizar e avaliar as propriedades físico-químicas e antibacterianas de um adesivo com Niobato de Lítio (LiNbO<sub>3</sub>). O adesivo foi formulado com 66,6% de Bis-GMA e 33,3% de HEMA. Foram adicionados, como sistema fotoiniciador, 1% de Canforoquinona e 1% de EDAB, em mol, e 0,1% de BHT, em peso. O LiNbO<sub>3</sub> foi incorporado à resina base separadamente nas concentrações de 0; 1; 2 e 5% em peso. Os adesivos foram avaliados quanto à radiopacidade (n=5), à amolecimento em solvente (n=5), ao grau de conversão (GC) (n=3), à resistência coesiva (n=12), à resistência da união à microtração (n=12) e ao efeito antimicrobiano (n=3). A normalidade dos valores obtidos de cada ensaio foi testada através do teste Shapiro-Wilk. Nos casos em que houve normalidade, o teste estatístico escolhido foi o ANOVA de uma ou duas vias e, nos que houve diferença, foi aplicado o teste de comparações múltiplas de Tukey. Nos casos de não-normalidade, os dados sofreram um procedimento estatístico de transformação dos dados em uma tentativa de priorizar a realização da análise paramétrica. Nos casos em que não houve uma distribuição normal dos dados, o teste realizado foi o de Kruskal- Wallis. O nível de significância foi de 5% para todos os testes. A adição de niobato de lítio não alterou o GC do adesivo em até 2% em peso, e houve diminuição do GC no grupo com 5% em peso. Houve aumento da radiopacidade no grupo 5% em peso. Quanto ao amolecimento em solvente houve diminuição no percentual de degradação do grupo 1%, sendo que não houve diferença nos outros grupos em relação ao grupo controle. A resistência coesiva aumentou com a adição de 5% de niobato de lítio em peso, e não teve diferença nos demais grupos experimentais. Quanto à resistência de união imediata houve aumento dos valores no grupo 5% e não houve diferença estatística nos demais grupos comparados ao grupo controle. No teste de resistência de união após 6 meses, não houve diferença entre os grupos experimentais e o grupo controle. Não houve atividade antimicrobiana em nenhum grupo experimental. Concluiu-se que a adição de niobato de lítio em um adesivo experimental foi possível, melhorando as propriedades físicas e mecânicas dos adesivos formulados na concentração de até 2%, e não demonstrando atividade antibacteriana no teste antimicrobiano sem alteração da temperatura dos espécimes.

Palavras-chave: Materiais Dentários. Odontologia.

## ABSTRACT

The objective of the present study was to develop, characterize and evaluate the physical-chemical and antibacterial properties of an adhesive with Lithium Niobate (LiNbO<sub>3</sub>). The adhesive was formulated with 66.6% Bis-GMA and 33.3% HEMA. 1% Canphorquinone and 1% EDAB in mol, and 0.1% BHT, by weight were added as the photoinitiator system. LiNbO<sub>3</sub> was incorporated into the base resin separately at concentrations of 0; 1; 2 and 5% by weight. The adhesives were evaluated for radiopacity (n=5), degradation in solvent (n=5), degree of conversion (n=3), cohesive strength (n=12), bond strength (n=12) and the antimicrobial effect (n=3). The normal values obtained for each test were tested using the Shapiro-Wilk test. In cases where there was normality, the statistical test chosen was the one-way or two-way ANOVA, and in those that were different, Tukey's multiple comparisons test was applied. In cases of non-normality, the data underwent a statistical procedure of data transformation in an attempt to prioritize the performance of parametric analysis. In cases in which there was no normal distribution of the data, the test performed was Kruskal-Wallis. The level of significance was 5% for all tests. The addition of lithium niobate did not change the GC of the adhesive by up to 2% by weight, and degree of conversion decreased in the 5% by weight group. There was an increase in radiopacity in the 5% by weight group. As for the degradation in solvent, there was a decrease in the percentage of degradation of the 1% group, and there was no difference in the other groups in relation to the control group. The cohesive strength increased with the addition of 5% lithium niobate by weight, and did not differ in the other experimental groups. Regarding the immediate bond strength, there was an increase in the values in the 5% group and there was no statistical difference in the other groups compared to the control group. In the union resistance test after 6 months, there was no difference between the experimental groups and the control group. There was no antimicrobial activity in any experimental group. It was concluded that the addition of lithium niobate in an experimental adhesive was possible, not altering the physical and mechanical properties of the adhesive when added in the concentration of up to 2%.

Keywords: Dental Materials. Dentistry.

## SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO</b> .....	8
<b>2</b>	<b>OBJETIVOS</b> .....	11
<b>3</b>	<b>MATERIAIS E MÉTODOS</b> .....	12
3.1	FORMULAÇÃO DA RESINA EXPERIMENTAL .....	12
3.2	GRAU DE CONVERSÃO .....	12
3.3	RADIOPACIDADE .....	12
3.4	DEGRADAÇÃO EM SOLVENTE .....	13
3.5	RESISTÊNCIA COESIVA .....	13
3.6	RESISTÊNCIA DA UNIÃO À MICROTRAÇÃO .....	14
3.7	ANÁLISE DA ATIVIDADE ANTIMICROBIANA .....	14
3.8	ANÁLISE DOS RESULTADOS .....	15
<b>4</b>	<b>RESULTADOS</b> .....	17
<b>5</b>	<b>DISCUSSÃO</b> .....	20
<b>6</b>	<b>CONCLUSÃO</b> .....	23
	<b>REFERÊNCIAS</b> .....	24

## 1 INTRODUÇÃO

A adesão de materiais resinosos aos tecidos dentais está presente em grande parte dos procedimentos restauradores realizados na prática clínica odontológica. Essa adesão ocorre por meio do embricamento micromecânico entre o sistema adesivo e os tecidos dentais duros que se dá a partir da formação de uma camada híbrida (GARCIA et al., 2003). A qualidade da adesão à dentina está relacionada à eficiência da penetração dos monômeros nos espaços interfibrilares, ao completo envolvimento pela solução adesiva das fibrilas colágenas expostas pelo condicionamento ácido, e às propriedades do adesivo. Clinicamente, as falhas das restaurações ocorrem mais frequentemente devido ao selamento inadequado e à degradação da interface adesiva, que levam a perdas prematuras da resistência adesiva e, conseqüentemente, interferem na longevidade do tratamento restaurador (VAN LANDUYT et al., 2007; DE MUNCK et al., 2005).

A degradação pode enfraquecer a adesão e levar formação a lacunas na interface adesiva (AMARAL et al., 2007). Com isso, microrganismos cariogênicos da cavidade oral podem penetrar na dentina subjacente à restauração, o que poderá provocar desde sensibilidade pulpar até a reincidência de cárie. (IMAZATO et al., 1999; IMAZATO et al., 2003). Até mesmo os sistemas adesivos dentinários que mostram alta resistência de união, mostraram-se incapazes de prevenir a ocorrência de *microgaps* entre o dente e a restauração *in vitro*. Com isso, o acúmulo de biofilme na interface dente-restauração pode aumentar a ocorrência do tratamento restaurador por reincidência de cárie (CHIGIRA et al., 1994). Além disso, apesar de vários estudos revelarem uma excelente eficácia da adesão de adesivos dentários contemporâneos, ainda há questionamentos a respeito da durabilidade e a estabilidade das interfaces entre resina e dentina criadas pelos sistemas de união (INOUE et al., 2001; VAN DIJKEN, 2000).

A formulação de sistemas adesivos com melhores propriedades físicas, mecânicas e biológicas em função do tempo vem sendo o objetivo de diversos estudos (LEITUNE et al., 2013a; DEGRAZIA et al., 2016; GARCIA et al., 2016; LEITUNE et al., 2011). A adição de partículas inorgânicas em sistemas adesivos tem sido uma estratégia amplamente utilizada, pois mostrou ser capaz de melhorar as propriedades mecânicas (REIS et al., 2013), reduzir o desgaste (FERRACANE, 2011), promover maior estabilidade hidrolítica (FERRACANE, 2006), reduzir a contração de polimerização (LABELLA et al., 1999), reduzir a degradação da camada adesiva (SUN et al., 2011) e ainda promover atividade antibacteriana (DEGRAZIA et al., 2016) nos adesivos.

Com o intuito de conferir propriedades antimicrobianas aos sistemas adesivos, diversas substâncias vêm sendo utilizadas (HERRERA et al., 2000; IMAZATO et al., 1997, 1999; KARAMAN; UYSAL, 2004). Sabe-se que sistemas adesivos com atividade microbiana são capazes de diminuir a degradação da interface entre a estrutura dentária e do material restaurador ao longo do tempo (SHAFIEI; MEMARPOUR, 2012). Desta forma, os novos materiais tendem a tornar-se não só biocompatíveis, como também bioativos, participando ativamente na ação antibacteriana, propriedade com grande importância no controle da cárie dentária (IMAZATO et al., 2009). Entretanto a adição de algumas substâncias como o glutaraldeído e a clorexidina apesar de promoverem efeito antibacteriano, prejudicaram as propriedades físicas dos materiais quando em contato com a matriz resinosa (ESTEVES; REIS; RODRIGUES, 2010). Além disso, com o tempo essas substâncias podem ser lixiviadas e o adesivo acaba perdendo a sua atividade antimicrobiana (IMAZATO et al., 2003).

O metacrilóiloxidodecilmiridínio (MDPB) (IMAZATO et al., 2003) e o dimetil metacrilato de cloreto de amônia (DMAE-CB) (CHAI, 2011) são dois monômeros que mostraram propriedades antimicrobianas em adesivos dentinários (IMAZATO et al., 1998). Ao contrário dos dimetacrilatos tipicamente utilizados em resinas e adesivos dentários, estes monômeros catiônicos geralmente têm apenas um grupamento metacrilato (IMAZATO et al., 1994). A incorporação de altas concentrações de monometacrilato poderia afetar significativamente as estruturas e propriedades da rede de polímeros em geral (ANTONUCCI et al., 2012). Além disso, alguns monometacrilatos com porções de quaternário de amônia pendentes podem apresentar problemas de miscibilidade com dimetacrilatos hidrofóbicos comumente usados em compósitos dentários (ANTONUCCI et al., 2012). Outra limitação da modificação de materiais resinosos com monômeros catiônicos é que as superfícies modificadas são bastante propensas à adsorção de proteínas, o que pode reduzir os efeitos antibacterianos originais do material (MÜLLER et al., 2009). Como as restaurações dentárias estão constantemente expostas à saliva, a redução das atividades antibacterianas pela camada de proteína salivar é um problema que diminui a eficácia dos materiais resinosos modificados com monômeros catiônicos (CEN; NEOH; KANG, 2007).

Diversos estudos adicionaram cargas inorgânicas como hidroxiapatita, óxido de tântalo, zircônia, nanopartículas de prata, óxido de zinco, nióbio e fosfatos de cálcio em sistemas adesivos para melhorar as suas propriedades e a adesão ao substrato dentário (SEDAT-SHOJAI et al., 2010; SCHULZ et al., 2008; LOHBAUER et al., 2010; DEGRAZIA et al., 2016; GARCIA et al., 2016; LEITUNE et al., 2013; LEITUNE et al., 2013<sup>a</sup>; GARCIA et al., 2017). Adição de cargas inorgânicas em polímeros mostrou ser uma eficiente

alternativa para a obtenção de melhores propriedades químicas e mecânicas em adesivos dentinários (VAN LANDUYT et al., 2007). Além disso, sabe-se que adesivos com melhores propriedades mecânicas levam a restaurações mais longevas (FERRACANE, 2006).

O nióbio é um metal de transição e tem o número atômico 41. O Brasil possui as maiores reservas mundiais de nióbio (Nb) (aproximadamente 98%) e é o maior produtor desse elemento (Sumário mineral brasileiro, 2012). O pentóxido de nióbio ( $Nb_2O_5$ ) é o óxido mais estável desse elemento, o qual pode apresentar número de oxidação de +5 a -3. Além de ser biocompatível, apresenta bioatividade, promovendo deposição e crescimento de cristais de hidroxiapatita em sua superfície quando em contato com saliva artificial ou natural (KARLINSEY et al., 2006). Devido a essas propriedades, distintas formas de nióbio vêm sendo utilizadas na indústria biomédica, como para recobrimento de implantes (EISENBARTH; VELTEN; BREME, 2007; PAULINE; RAJENDRAN, 2014; MAZUR et al., 2015) e síntese de biovidros (LIMA et al, 2011; LOPES et al, 2014). Na Odontologia, o pentóxido de nióbio foi utilizado em adesivo (LEITUNE et al., 2013a) e cimento experimentais (LEITUNE et al., 2013b) com a finalidade de promover a melhora das propriedades físicas e mecânicas dos polímeros e ser um possível indutor de remineralização do substrato dentário.

O Niobato de Lítio ( $LiNbO_3$ ) é um cristal incolor ou amarelo com ponto de fusão de aproximadamente  $1240^\circ C$  e uma densidade de  $4,64 \text{ g/cm}^3$ . É um material inorgânico polar, ou seja, possui um momento em que há separação de suas cargas positivas e negativas chamado de dipolo elétrico. Devido às suas excelentes propriedades ópticas, piezoelétricas e piroelétricas, o  $LiNbO_3$  é um cristal ferroelétrico bem conhecido e tem sido estudado para várias aplicações como: acústicas superficiais em televisores, transformadores de alta frequência e alta temperatura, detectores infravermelhos, moduladores “laser”, multiplicadores de frequência “laser”, entre outros (XU, 1992).

Além disso, o  $LiNbO_3$  apresenta uma estrutura cristalina de polarização espontânea a qual pode ser alterada pela temperatura. Este fenômeno, conhecido como o efeito piroelétrico-catalítico, realiza a conversão de energia térmica em energia química que, a partir da variação de temperatura entre  $25-45^\circ C$  demonstra uma alta atividade antimicrobiana (GUTTMAN et al., 2012). Sabe-se que os materiais restauradores sofrem ciclagem térmica intraoral de 0 a  $67^\circ C$  (PALMER et al., 1992). Assim, fenômeno piroelétrico do  $LiNbO_3$  possui uma margem de temperatura para realizar seu efeito antimicrobiano, aumentar a bioatividade e as propriedades mecânicas do sistema adesivo.

## **2 OBJETIVOS**

O objetivo do presente estudo foi desenvolver e caracterizar um adesivo com adição Niobato de Litio ( $\text{LiNbO}_3$ ) nas concentrações 1%, 2% e 5%, quanto as suas características físico-químicas e seu efeito antimicrobiano.

### 3 MATERIAIS E MÉTODOS

#### 3.1 FORMULAÇÃO DA RESINA EXPERIMENTAL

Uma resina adesiva experimental foi formulada com 66% de Bis-GMA e 33% de HEMA, em peso. Foram adicionados 1% de Canforoquinona, 1% de EDAB, em mol, e 1% de BHT em peso em todos os grupos.

O pó de LiNbO<sub>3</sub> foi moído e peneirado em uma peneira com abertura de 0,125 mm. Após isso o pó foi adicionado à resina em três diferentes concentrações (1%, 2%, 5% em peso) e um grupo controle sem adição de carga.

#### 3.2 GRAU DE CONVERSÃO

O teste de grau de conversão (GC) foi avaliado por espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) em um espectrômetro de infravermelho (Bruker Optics, Ettlingen, Alemanha) equipado com ATR (reflectância total atenuada) composto por um cristal horizontal de diamante, formando um ângulo de 45° com o espelho. O software foi utilizado em modo de varredura monitorada, usando a apodização Blackman-Harris 3-Term, em um espectro de 1750 e 1550 cm<sup>-1</sup>, resolução de 8 cm<sup>-1</sup> e velocidade de espelho de 2,8mm/s. Foram feitas 3 amostras para cada grupo (n=3) as quais foram distribuídas diretamente no cristal de diamante em uma matriz de polivinil siloxano para padronização (5 mm de diâmetro e 1 mm de altura) e foram polimerizados por um diodo emissor de luz com um valor de irradiância de 1200mW / cm<sup>2</sup> (Radii cal, SDI, Bayswater, Austrália). Um espectro foi obtido antes da fotoativação e outra imediatamente após a fotoativação por 20s. O GC foi calculado de acordo com um estudo anterior considerando o pico de 1635cm<sup>-1</sup> como referente à ligação dupla alifática de carbono-carbono e o pico de 1610cm<sup>-1</sup> referente à ligação dupla aromática de carbono-carbono de amostras polimerizadas e não polimerizadas como padrão interno.

#### 3.3 RADIOPACIDADE

Para o teste de radiopacidade foram confeccionados cinco corpos de prova para cada grupo (n=5) com 6±0,1mm de diâmetro e 1,0±0,01mm de espessura. Foram obtidas imagens radiográficas em um sistema digital, usando um tempo de exposição de 0,4s e uma distância

focal de 40cm. A fonte de raios X utilizada foi operada a 70kV e 8mA. Foram realizadas cinco radiografias, alocando aleatoriamente um corpo de prova de cada grupo junto a uma escala de alumínio em cada placa de fósforo. As imagens foram salvas em formato .tiff e a densidade de pixels de cada corpo de prova e de cada degrau da escala de alumínio foram aferidas em software específico, avaliando-se uma área padronizada no centro de cada espécime. As médias dos níveis de cinza de cada grupo foram comparadas entre si e com os níveis de cinza equivalentes na escala de alumínio para obtenção dos valores da radiopacidade.

### 3.4 AMOLECIMENTO EM SOLVENTE

Cinco amostras para cada adesivo experimental ( $n = 5$ ) foram embutidas em resina acrílica e polidas. Os espécimes foram submetidos a um teste de microdureza em que três indentações (10 g / 5 s) foram avaliadas usando uma máquina de microdureza digital (HNV 2, Shimadzu, Tóquio, Japão). O número inicial de microdureza de Knoop (KHN1) foi obtido, os espécimes foram imersos em solução etanol 70% a 37 °C por 2 horas. A dureza final (KHN2) foi então mensurada. A redução percentual entre KHN1 e KHN2 ( $\Delta KHN\%$ ) foi calculada.

### 3.5 RESISTÊNCIA COESIVA

Para a avaliação da resistência coesiva dos adesivos, corpos de prova com formato de ampulheta foram confeccionados. Foi posicionada uma matriz de poliéster na base e no topo do adesivo. Cada espécime foi fotoativado por 30 segundos de cada lado utilizando-se equipamento de LED (Radii; SDI, Bayswater, Austrália) com intensidade de 1200 mW/cm<sup>2</sup>. Foram confeccionados doze corpos de prova ( $n=12$ ) por grupo com 8 mm de comprimento, 2 mm de largura e 1 mm de espessura, com uma área transversal de 1 mm<sup>2</sup> na região de constrição. A região de constrição foi medida com auxílio de um paquímetro digital e cada espécime foi fixado em um dispositivo metálico para microtração com adesivo de cianoacrilato. Os testes foram realizados em uma máquina de ensaios mecânicos universal (EZ-LX/EZ- SX Series, SHIMADZU, Quioto, Japão) a uma velocidade de 1 mm/min equipada com uma célula de carga de 500 N. Os valores de resistência à tração foram expressos em MPa.

### 3.6 RESISTÊNCIA DA UNIÃO À MICROTRAÇÃO

Para avaliar a resistência de união imediata e longitudinal da interface adesiva, foram utilizados 96 incisivos bovinos extraídos, limpos e armazenados em água destilada a 4°C. Após a limpeza e remoção da raiz, o esmalte vestibular foi removido e a dentina superficial foi exposta. A face vestibular de cada dente foi lixada por 15 segundos com lixa de carbetto de silício com granulação 600 sob irrigação por água destilada e, em seguida, foi seca para que a superfície dentinária fosse condicionada com ácido fosfórico 37% por 15 segundos. Em seguida, a superfície foi lavada com água destilada por 30 segundos e seca com papel absorvente. Um primer comercial (Primer Scotch Bond Multi Purpose, 3M ESPE, St. Paul, MN, USA) foi aplicado ativamente por 20 segundos com o uso de micro aplicadores e evaporado com jato de ar. Utilizando-se outro micro aplicador, os adesivos experimentais foram aplicados separadamente e tiveram seu excesso removido com outro micro aplicador seco. A camada de adesivo foi fotoativada por 20 segundos com um equipamento de LED (Ratii; SDI, Bayswater, Australia) com irradiação de 1200 mW/cm<sup>2</sup>. Dois incrementos de resina composta (Filtek Z350 XT Restaurador universal – 3M ESPE, EUA) foram posicionados sobre a dentina e fotoativados por 20 segundos cada um. Após vinte e quatro horas de armazenamento em água destilada a 37 °C, os dentes foram seccionados em fatias de 0,7 mm de espessura no sentido mesio-distal com uma cortadeira de precisão (Isomet, Buehler Ltd, EUA) sob irrigação constante de água destilada. Em seguida, cada fatia foi seccionada perpendicularmente à interface adesiva, obtendo-se palitos a partir de cada fatia.

Para realização do teste de resistência de união longitudinal, os palitos de 12 dentes para cada grupo experimental (n=12) foram armazenados em água destilada a 37°C durante seis meses antes de serem tracionados. Para a realização do teste de resistência de união imediata, os palitos de 12 dentes (n=12) foram armazenados em água destilada a 37°C durante 24 horas antes de serem tracionados. Para a realização do ensaio de microtração, foi utilizada uma máquina de ensaios mecânicos universal (EZ-LX/EZ-SX Series, SHIMADZU, Quioto, Japão) com velocidade de 1 mm/min e equipada com uma célula de carga de 500 N. Os valores de resistência de união foram expressos em MPa.

### 3.7 ANÁLISE DA ATIVIDADE ANTIMICROBIANA

Para avaliar a atividade antibacteriana dos adesivos formulados, os corpos de prova foram confeccionados com auxílio de uma matriz de polivinilsiloxano (ADSIL, VIGODENT;

Rio de Janeiro, Brasil) com 1 mm de espessura por 5 mm de diâmetro. Os corpos de prova foram fotoativados por 30 segundos em cada lado com LED (Radii; SDI, Bayswater, Australia). As amostras (n=3) foram fixadas em matrizes de teflon (6 mm x 6 mm x 8 mm) fixadas na tampa de uma placa com 48 poços. Todos os materiais foram esterilizados em autoclave, com exceção da tampa com os corpos de prova, esterilizados por plasma de peróxido de hidrogênio. 200 µL de estoques congelados de *Streptococcus mutans* (NCTC 10449, INCQS 00446, Fundação Oswaldo Cruz, Instituto Nacional de Controle de Qualidade em Saúde, Brasil) em skim milk foram adicionados a 3 mL de BHI caldo com 1% de sacarose e incubados por 24h a 37°C. Em seguida, 100 µL desse caldo com as bactérias foram plaqueados em BHI ágar e incubados durante 48h a 37°C. As colônias foram transferidas para caldo BHI com 1% de sacarose. As soluções foram levadas ao vortex por 15s e incubadas durante 24h a 37°C. Após esse período, as soluções foram novamente levadas ao vortex e foram adicionados 6,46 ( $\pm 0,01$ ) log UFC/mL desse caldo em cada poço da placa de 48 poços juntamente a 900 µL de BHI caldo com 1% de sacarose. A placa foi fechada com a tampa contendo os teflons e as amostras e o conjunto foi incubado por 24h a 37 °C. Para a análise de formação de biofilme sobre as amostras, as mesmas foram removidas da placa e agitadas durante 1 min em solução salina. Em seguida, 100 µL do conteúdo de cada um dos poços foi diluído em solução salina. As diluições de 10<sup>-1</sup>, 10<sup>-2</sup>, 10<sup>-3</sup>, 10<sup>-4</sup>, 10<sup>-5</sup> e 10<sup>-6</sup> foram plaqueadas com 2 gotas de 25 µL cada uma em ágar BHI sobre uma placa de Petri dividida em seis espaços. As placas foram armazenadas a 37°C e, após 48 h, o número de colônias foi contado utilizando-se microscópio óptico e os valores foram transformado em unidades formadoras de colônia (UFCs) por mL, considerando as diluições. Para a análise de atividade contra células planctônicas, 100 µL do caldo de cada poço foi diluído em solução salina e foi realizada diluição em série, plaqueamento e contagem como feito para a análise de formação de biofilme.

### 3.8 ANÁLISE DOS RESULTADOS

A normalidade dos valores obtidos de cada ensaio foi testada através do teste Shapiro-Wilk. Nos casos em que houve normalidade, o teste estatístico escolhido foi o ANOVA de uma ou duas vias e, nos que houve diferença, foi aplicado o teste de comparações múltiplas de Tukey. Nos casos de não-normalidade, os dados sofreram um procedimento estatístico de transformação dos dados em uma tentativa de priorizar a realização da análise paramétrica.

Nos casos em que não houve uma distribuição normal dos dados, o teste realizado foi o de Kruskal- Wallis. O nível de significância foi de 5% para todos os testes.

## 4 RESULTADOS

A incorporação de niobato de lítio ( $\text{LiNbO}_3$ ) em um adesivo experimental manteve os valores de grau de conversão sem apresentar diferenças estatísticas ( $p > 0,05$ ) em até 2% em peso em comparação ao grupo controle. O grupo com adição de 5% em peso de  $\text{LiNbO}_3$  teve uma diminuição nos valores de GC ( $p < 0,05$ ) (Tabela 1). Os valores de grau de conversão de todos os grupos variaram entre 39,52% e 62,51%.

Tabela 1- Média e desvio-padrão dos valores de grau de conversão, resistência coesiva, radiopacidade e resistência de união imediata e longitudinal dos adesivos experimentais. Valores seguidos por letras maiúsculas diferentes na mesma coluna indicam diferença estatística ( $p < 0,05$ ). Valores seguidos por letras minúsculas diferentes na mesma linha indicam diferença estatística ( $p < 0,05$ ).

	Grau de conversão (%)	Radiopacidade (densidade de pixel)	Resistência Coesiva (MPa)
0%	62,61 ( $\pm 0,40$ ) <sup>A</sup>	29,45 ( $\pm 2,56$ ) <sup>A</sup>	52,81 ( $\pm 10,11$ ) <sup>B</sup>
1%	61,22 ( $\pm 2,61$ ) <sup>A</sup>	31,37 ( $\pm 2,70$ ) <sup>A</sup>	58,90 ( $\pm 4,14$ ) <sup>AB</sup>
2%	57,99 ( $\pm 0,45$ ) <sup>A</sup>	32,27 ( $\pm 4,92$ ) <sup>A</sup>	62,04 ( $\pm 6,90$ ) <sup>A</sup>
5%	39,52 ( $\pm 9,60$ ) <sup>A</sup>	38,40 ( $\pm 3,68$ ) <sup>B</sup>	57,89 ( $\pm 4,44$ ) <sup>AB</sup>

Não houve diferença na radiopacidade com adição de até 2% de carga inorgânica ( $p > 0,05$ ). O grupo com 5% obteve maiores valores de radiopacidade que o grupo controle ( $p < 0,05$ ) (Tabela 1). Os resultados do teste de resistência coesiva mostraram que a adição de  $\text{LiNbO}_3$  aumentou a resistência coesiva do material na concentração de 2% em peso em relação ao grupo controle ( $p < 0,05$ ). Não houve diferença estatística entre os grupos 1% e 5% em relação ao grupo 0% em peso de  $\text{LiNbO}_3$  (Tabela 1).

No teste de resistência da união adesiva imediata a adição de  $\text{LiNbO}_3$  aumentou os valores de resistência no grupo com 5% de carga, e não houve diferença entre os grupos 1% e 2% tanto para o grupo 5% quanto para o grupo controle ( $p > 0,05$ ). Após 6 meses de armazenamento em água destilada a 37°C houve uma redução nos valores de resistência nos grupos 1% e 2%, e não houve diferença estatística no grupo controle e no grupo com 5% em peso. Ao comparar os valores de resistência de união longitudinal entre os quatro grupos, é

possível concluir que nenhum dos grupos experimentais teve diferença estatística do grupo controle (Tabela 2).

Tabela 2- Média e desvio-padrão dos valores da resistência de união imediata e longitudinal dos adesivos experimentais. Valores seguidos por letras maiúsculas diferentes na mesma coluna indicam diferença estatística ( $p < 0,05$ ). Valores seguidos por letras minúsculas diferentes na mesma linha indicam diferença estatística ( $p < 0,05$ ).

	Resistência de união 24 horas (MPa)	Resistência de união 6 meses (MPa)
0%	31,82 ( $\pm 12,29$ ) <sup>Ba</sup>	26,95 ( $\pm 12,67$ ) <sup>ABa</sup>
1%	40,79 ( $\pm 9,97$ ) <sup>ABa</sup>	25,93 ( $\pm 12,67$ ) <sup>Bb</sup>
2%	39,10 ( $\pm 12,87$ ) <sup>ABa</sup>	31,13 ( $\pm 9,88$ ) <sup>Bb</sup>
5%	43,63 ( $\pm 7,15$ ) <sup>Aa</sup>	40,44 ( $\pm 13,16$ ) <sup>Aa</sup>

Com relação ao amolecimento em solvente, não houve diferença na dureza inicial (KHN1) entre os grupos ( $p > 0,05$ ), porém, todos tiveram uma redução na dureza após 2 horas imersos em etanol. A taxa de degradação ( $\Delta KHN\%$ ) foi menor no grupo 1% ( $p < 0,05$ ), e não teve alteração nos grupos 2% e 5% ( $p > 0,05$ ) em comparação ao grupo controle (Tabela 3).

Tabela 3- Médias e desvios-padrão dos valores de dureza Knoop inicial (KHN1) e final (KHN2) e dos valores, em percentual, da redução de microdureza ( $\Delta KHN\%$ ) após imersão dos adesivos experimentais em etanol por duas horas. Valores seguidos por letras maiúsculas diferentes na mesma coluna indicam diferença estatística ( $p < 0,05$ ). Valores seguidos por letras minúsculas diferentes na mesma linha indicam diferença estatística ( $p < 0,05$ ).

	KHN1	KHN2	$\Delta KHN\%$
0%	19,64 ( $\pm 1,05$ ) <sup>Aa</sup>	11,68 ( $\pm 1,82$ ) <sup>b</sup>	40,52 ( $\pm 8,84$ ) <sup>A</sup>
1%	18,73 ( $\pm 1,24$ ) <sup>Aa</sup>	13,68 ( $\pm 0,84$ ) <sup>b</sup>	25,59 ( $\pm 8,14$ ) <sup>B</sup>
2%	19,19 ( $\pm 0,63$ ) <sup>Aa</sup>	10,34 ( $\pm 1,35$ ) <sup>b</sup>	45,86 ( $\pm 8,22$ ) <sup>A</sup>
5%	17,48 ( $\pm 1,94$ ) <sup>Aa</sup>	8,4 ( $\pm 2,36$ ) <sup>b</sup>	51,79 ( $\pm 10,41$ ) <sup>A</sup>

A adição de niobato de lítio na resina adesiva não demonstrou atividade antimicrobiana contra a bactéria *Streptococcus mutans* (Tabela 4).

Tabela 4 - Valores de média e desvio-padrão de unidades formados de colônia por mililitro (UFC/mL), com transformação logarítmica, frente a avaliação da atividade antibacteriana das resinas adesivas experimentais. Valores seguidos por letras maiúsculas iguais indicam não haver diferença estatística na mesma coluna ( $p>0,05$ ).

Grupos	Biofilme log UFC/mL	Células planctônicas log UFC/mL
0%	4,74 ( $\pm 0,78$ ) <sup>A</sup>	7,94 ( $\pm 0,04$ ) <sup>A</sup>
1%	5,14 ( $\pm 0,17$ ) <sup>A</sup>	8,18 ( $\pm 0,04$ ) <sup>A</sup>
2%	5,54 ( $\pm 0,43$ ) <sup>A</sup>	8,06 ( $\pm 0,19$ ) <sup>A</sup>
5%	4,27 ( $\pm 0,51$ ) <sup>A</sup>	8,18 ( $\pm 0,02$ ) <sup>A</sup>
Controle negativo	-	8,00 ( $\pm 0,03$ ) <sup>A</sup>

## 5 DISCUSSÃO

Adesivos com adição de cargas inorgânicas têm suas propriedades químicas e mecânicas melhoradas (VAN LANDUYT et al., 2007). Além de diminuir a degradação do material, elas conduzem a um material mais resistente mecanicamente e com uma melhor adesão ao substrato dentário (KALACHANDRA, 1989; SUN et al., 2011). Com isso, há uma maior estabilidade na interface entre o dente e a restauração (GARCIA et al., 2016). Nesse estudo a partícula inorgânica de niobato de lítio foi adicionada a uma resina adesiva nas concentrações de 1%, 2%, 5% e um grupo sem adição de carga foi utilizado como grupo controle para comparação. A adição de cargas de  $\text{LiNbO}_3$  foi possível, mantendo os valores de CG esperados em até 2% em peso, melhorando a resistência coesiva com 2% em peso, e diminuindo os valores de degradação em solvente na concentração de 1% em peso, comparados ao grupo controle.

No teste antimicrobiano realizado, as amostras em contato com o caldo contendo bactérias não foram submetidas à variação de temperatura. Os resultados mostraram que os espécimes contendo niobato de lítio não inibiram o crescimento bacteriano. Isso pode ser explicado pela ação antibacteriana do niobato de lítio que ocorre partir do efeito piroelétrico-catalítico. Nesse fenômeno, frente a uma mudança de temperatura, o material altera sua polarização gerando uma carga na sua superfície que em contato com as bactérias é capaz de perfurar a membrana celular (GUTTMAN et al., 2012). Assim sendo, um novo teste antimicrobiano deve ser realizado dando continuidade ao estudo, porém, com variação de temperatura.

A longevidade das restaurações está relacionada à qualidade do polímero formado (FERRACANE, 2006), e o CG está diretamente relacionado às propriedades mecânicas de um polímero (COLLARES et al., 2011). É esperado que partículas inorgânicas quando adicionadas a uma matriz polimérica possam alterar o grau de conversão do material, considerando que o índice de refração de substâncias pode diminuir a disponibilidade de energia luminosa dentro do polímero (SHORTALL et al., 2008). Além disso, a adição de partículas inorgânicas diminui a quantidade relativa de matriz polimérica, diminuindo o estresse da contração e a degradação hidrolítica (CONDON, 2000; ANDRZEJEWSKA, 2001). Contudo, a adição de  $\text{LiNbO}_3$  não alterou os valores de GC esperados em um adesivo dentário em até 2% , diminuindo os valores apenas no grupo 5% em peso (SCHNEIDER et al., 2008).

Um polímero com baixa degradação leva a um tratamento restaurador mais longo (VAN LANDUYT et al., 2007). Diversos estudos utilizam cargas inorgânicas para superar problemas de degradação da matriz orgânica (MEHDAWI et al., 2013; LEITUNE et al., 2013). A difusão de um solvente através das cadeias poliméricas resulta na eluição de componentes e na plastificação do composto. Esse processo afeta inicialmente as propriedades da superfície, como a dureza e a resistência ao desgaste e, portanto, a longevidade do tratamento restaurador (RODRIGUES; FERRACANE; DELLA BONA, 2009; FERRACANE, 2006). Nesse contexto, cargas inorgânicas são menos suscetíveis a degradação que uma matriz orgânica, e elas podem ajudar a reforçar os materiais poliméricos. A adição de  $\text{LiNbO}_3$  na concentração 1% reduziu a solubilidade do material, diminuindo o amolecimento em solvente e tornando o material menos propenso à degradação precoce. Tal fato é muito vantajoso quando comparado a outros estudos com adesivos com carga antimicrobiana (GARCIA et al., 2016).

Os grupos com 2% e 5% em peso de  $\text{LiNbO}_3$  tiveram seus percentuais de amolecimento sem diferença estatística com o grupo controle. Como já se é esperado, a carga inorgânica degrada menos que a matriz orgânica, portanto, esse resultado pode estar relacionado a diminuição do grau de conversão devido à alta concentração de carga (SHORTALL et al., 2008). Além disso, o amolecimento em solvente se relaciona com o grau de conversão, pois polímeros com alta conversão de  $\text{C}=\text{C}$  demonstraram ter menores taxas de degradação ao longo do tempo (CHANG et al., 2014).

Já no teste de resistência coesiva, a adição de  $\text{LiNbO}_3$  na concentração de 2% em peso, aumentou a resistência coesiva do material, porém na concentração de 5% não houve diferença ao grupo controle. Isso pode estar relacionado com a diminuição do grau de conversão no grupo 5% em peso, pois apesar de possuir maior concentração de carga, um menor grau de conversão pode diminuir as propriedades mecânicas do polímero (CHANG et al., 2014). Além disso, apesar da incorporação de carga inorgânica fortalecer a matriz orgânica, caso haja aglomeração das partículas, pode atuar como locais de concentração de estresse diminuindo as propriedades mecânicas (BELLI et al., 2014).

Os adesivos comerciais utilizados na odontologia restauradora atual não são radiopacos, e muitas vezes são confundidos com lesões subjacentes às restaurações, levando a um errôneo diagnóstico de cárie secundária (COLLARES et al., 2009). Nesse contexto, adesivos radiopacos seriam de grande importância na redução de erros de diagnóstico. Segundo a ISO, considera-se radiopaco o material que possui mais que  $1\text{mmAl}$ , ou seja, materiais com valores maiores a 1 são facilmente diferenciados das estruturas dentárias

(esmalte e dentina). Os valores de radiopacidade dos adesivos com adição de  $\text{LiNbO}_3$  não atingiram esse valor, porém, o grupo com 5% em peso teve valores maiores que o grupo controle.

As propriedades mecânicas de um adesivo têm influência na resistência de união ao substrato dentário (BAE et al., 2005). Ou seja, propriedades mecânicas mais elevadas promovem uma ligação mais durável ao substrato dental. Sabe-se que partículas inorgânicas quando adicionadas em resina composta promovem uma melhora em suas propriedades mecânicas (FERRACANE, 2011). Para comparar o desempenho dos adesivos experimentais na resistência de união entre o substrato dentário e a restauração se faz necessário realizar o teste de microtração que auxilia na tomada de decisão clínica, uma vez que há correlação entre os ensaios laboratoriais de resistência de união e taxas de retenção *in vivo* em restaurações classe V (VAN MEERBEEK et al., 2010).

No teste de resistência da união adesiva a adição de  $\text{LiNbO}_3$  aumentou a resistência de união imediata quando adicionado na concentração de 5% em peso, isso pode ser explicado pois a adição de partículas inorgânicas pode aumentar a estabilidade da camada híbrida (TOLEDANO et al., 2012). Apesar disso, a resistência da união após 6 meses de imersão em água destilada não teve diferença entre os grupos experimentais e o grupo controle, o que é vantajoso pois a adição da partícula não alterou as propriedades esperadas do adesivo. Neste estudo, o envelhecimento das amostras foi realizado em água destilada, já relacionado como um método bem validado para realizar a durabilidade da resistência de união (DE MUNCK et al., 2005). Embora estudos *in vitro* anteriores tenham demonstrado degradação da camada híbrida após o armazenamento dos espécimes por 12 meses, houve resultados semelhantes em estudos com armazenamento de 6 meses (KOMORI et al., 2009; COSTA et al., 2017).

## 6 CONCLUSÃO

A adição de niobato de lítio em um adesivo experimental foi possível, melhorando as propriedades físicas e mecânicas na concentração de até 2%. Não houve atividade antimicrobiana contra a bactéria *Streptococcus mutans* em nenhuma das concentrações testadas.

## REFERÊNCIAS

- AMARAL, F.L. Assessment of in vitro methods used to promote adhesive interface degradation: a critical review. **J. Esthet. Restor. Dent.**, Hamilton, v. 19, no. 6, p. 340-353, 2007.
- ANDRZEJEWSKA, E. Photopolymerization kinetics of multifunctional monomers. **Prog. Polym. Sci.**, London, v. 26, no. 4, p. 605-665, 2001.
- ANTONUCCI, J.M. et al. Synthesis and characterization of dimethacrylates containing quaternary ammonium functionalities for dental applications. **Dent. Mater.**, Copenhagen, v. 28, no. 2, p. 219-228, 2012.
- BAE, J.H. et al. Adhesive layer properties as a determinant of dentin bond strength. **J. Biomed. Mater. Res. B. Appl. Biomater.**, Hoboken, v. 74, no.2, p.822-828, Aug. 2005.
- BEYTH, N.; DOMB, A.J.; WEISS, E.I. An in vitro quantitative antibacterial analysis of amalgam and composite resins. **J. Dent.**, Bristol, v. 35, no. 3, p. 201-206, 2007.
- BELLI R. et al., Strengthening of dental adhesives via particle reinforcement. **J. Mech. Behav. Biomed. Mater.**, Erlangen, v. 37, p. 100-108, 2014.
- BRESCHI. L. et al. Dental adhesion review: aging and stability of the bonded interface. **Dent. Mater.**, Copenhagen, v. 24, no. 1, p. 90-101, 2008.
- CEN, L.; NEOH, K.G.; KANG, E.T. Surface functionalization technique for conferring antibacterial properties to polymeric and cellulosic surfaces. **Langmuir**, Singapore, v.19, no. 24, p. 10295-10303, 2007.
- CHAI, Z. et al. The bonding property and cytotoxicity of a dental adhesive incorporating a new antibacterial monomer. **J. Oral Rehabil.**, Oxford, v. 38, no.8, p. 849-856, 2011.
- CHANG, H.H. et al. Urethane dimethacrylate induces cytotoxicity and regulates cyclooxygenase-2, hemeoxygenase and carboxylesterase expression in human dental pulp cells. **Acta. Biomater.**, Kidlington, v. 10, no. 2, p. 722-731, 2014.
- CHIGIRA, H., et al. Efficacy of various commercial dentin bonding systems. **Dent. Mater.**, Copenhagen, v. 10, no. 6, p. 363-368, 1994.
- COLLARES, F. M. et al. The composition influence on conversion kinetics, flexural strength and radiodensity of an experimental adhesive. **Rev. Odonto Cienc.**, Porto Alegre, v. 24, p. 414-419, 2009.
- COLLARES, F.M. et al. Discrepancies in degree of conversion measurements by FTIR. **Braz. Oral. Res.**, São Paulo, v. 28, no. 1, p. 9-15, 2014.
- COLLARES, F.M. et al., Influence of 2-hydroxyethyl methacrylate concentration on polymer network of adhesive resin. **J. Adhes. Dent.**, New Malden, v. 13, no. 2, p.125-129, Apr. 2011.

- CONDON, J. R.; FERRACANE, J. L. Assessing the effect of composite formulation on polymerization stress. **J. Am. Dent. Assoc.**, Chicago, v.131, no. 4, p. 497-503, 2000.
- COSTA, A. R. et al. Influence of different dentin substrate (caries-affected, caries-infected, sound) on long-term  $\mu$ TBS. **Braz. Dent. J.**, Ribeirão Preto, v. 28, no. 1, p. 16-23, 2017.
- DELIGEORGI, V.; MJÖR, I.; WILSON N. An overview of reasons for the placement and replacement of restorations. **Prim. Dent. Care**, London, v. 8, no. 1, p. 5-11, 2001.
- DEGRAZIA F.W., et al., Effect of silver nanoparticles on the physicochemical and antimicrobial properties of an orthodontic adhesive. **J. Appl. Oral Sci. P.**, Bauru, v. 24, no. 4, 404-410, 2016.
- DE MUNCK, J., et al. A critical review of the durability of adhesion to tooth tissue: methods and results. **J. Dent. Res.**, Thousand Oaks, v. 84, n. 2, p. 118-32, 2005.
- DE MUNCK, J. et al. Micro-tensile bond strength of adhesives bonded to Class-I cavity-bottom dentin after thermocycling. **Dent. Mater.**, Copenhagen, v.21, no. 11, p. 999-1007, 2005.
- EISENBARTH, E.; VELTEN, D.; BREME, J. Biomimetic implant coatings. **Biomol. Eng.**, Amsterdam, v. 24, no.1, p. 27-32, 2007.
- ESTEVEZ C. M.; REIS A. F.; RODRIGUES J. A. Atividade antibacteriana de sistemas adesivos autocondicionantes. **Rev. Saúde, Revista Eletrôn. da Universidade de Guarulhos**, Guarulhos, v. 4, n.1, p. 521-627, 2010.
- FABRE, H. S. et al. Water sorption and solubility of dentin bonding agents light-cured with different light sources. **J. Dent.**, Kidlington, v. 35, n. 3, p. 253-8, 2007.
- FERRACANE, J. L. Hygroscopic and hydrolytic effects in dental polymer networks. **Dent. Mater.**, Copenhagen, v. 22, no. 3, p. 211-222, 2006.
- FERRACANE, J. L. Resin composite--state of the art. **Dent. Mater.**, Copenhagen, v. 27, no. 1, p. 29-38, Jan. 2017.
- FERREIRA, C. M. et al. Activity of endodontic antibacterial agents against selected anaerobic bacteria. **Braz. Dent. J.**, Ribeirão Preto, v. 13, no. 2, p. 118-22, 2002.
- GARCIA, F. C. P. et al. Paradoxo da evolução dos sistemas adesivos. **Rev. Assoc. Paul. Cir. Dent.**, São Paulo, v. 57, n. 6, p. 449-53, nov./dez. 2003.
- GARCIA, I. M. et al. Quantum dots as nonagglomerated nanofillers for adhesive resins. **J. Dent. Res.**, Chicago, v. 95, no. 12, p.1401-1407, June 2016.
- GARCIA, I. M. et al. Influence of different calcium phosphates on an experimental adhesive resin. **J. Adhes. Dent.**, New Malden, v. 21, p. 1-6, 2017.
- GUERRA, L. C. T. et al. Efeito antimicrobiano de sistema adesivo: estudo piloto. **Rev. UNOPAR Cient., Ciênc. Biol. Saúde**, Londrina, v. 10, n. 1, p. 25-31, abr. 2008.

- GUTTMAN, E. et al. Pyroelectrocatalytic disinfection using the pyroelectric effect of nano- and microcrystalline LiNbO<sub>3</sub> and LiTaO<sub>3</sub> particles. **J. Phys. Chem. C.**, Freiberg, v. 116, no. 9, p. 5383-5393, 2012.
- HENN, S. et al. Characterization of an antimicrobial dental resin adhesive containing zinc methacrylate. **J. Mater. Sci. Mater. Med.**, Norwell, v. 22, p. 1797-1802, 2011.
- HERRERA, M. et al. Antibacterial activity of four dentin bonding systems. **Int. J. Antimicrob. Agents**, Amsterdam, v. 15, n. 4, p. 305-309, 2000.
- HERRERA, M. et al. Antibacterial activity of resin adhesives, glass ionomer and resin-modified glass ionomer cements, a compomer in contact with dentin caries samples. **Oper. Dent.**, Seattle, v. 25, no. 4, p. 265-269, 2000.
- IMAZATO, S.; MCCABE, J. F. Influence of incorporation of antibacterial monomer on curing behavior of a dental composite. **J. Dent. Res.**, Thousand Oaks, v. 73, no. 10, p. 1641-1645, 1994.
- IMAZATO, S. Bio-active restorative materials with antibacterial effects : new dimension of innovation in restorative dentistry. **Dent. Mater. J.**, Tokyo, v.28, no. 1, p. 11-19, 2009.
- IMAZATO, S. et al. Antibacterial activity and bonding characteristics of an adhesive resin containing antibacterial monomer (MDPB). **Dent. Mater.**, Copenhagen, v. 19, no. 4, p. 313-319, 2003.
- IMAZATO, S. et al. Bactericidal activity and cytotoxicity of antibacterial monomer (MDPB). **Biomaterials**, Oxford, v. 20, n. 9, p. 899-903, 1999.
- IMAZATO, S. et al. Antibacterial activity of cured dental resin incorporating the antibacterial monomer MDPB and an adhesion-promoting monomer. **J. Biomed. Mater. Res.**, Hoboken, v. 39, n. 4, p. 511-515, 1998.
- IMAZATO, S. et al. Incorporation of antibacterial monomer MDPB into dentin primer. **J. Dent. Res.**, Chicago, v. 76, n. 3, p. 768-72, 1997.
- INOUE, S. et al. Micro-tensile bond strength of eleven modern adhesives to dentin. **J. Adhes. Dent.**, New Malden, v.3, no. 3, p. 237-246, 2001.
- KALACHANDRA, S. Influence of fillers on the water sorption of composites. **Dent. Mater.**, Copenhagen, v. 5, no. 4, p. 283-288, 1989.
- KARAMAN, A. I.; UYSAL, T. Effectiveness of a hydrophilic primer when different antimicrobial agents are mixed. **Angle Orthod.**, Appleton, v. 72, no. 3, p.414-419, 2004.
- KARLINSEY, R. L.; YI, K. Self-assembly and bioactive response of a crystalline metal oxide in a simulated blood fluid. **J. Mater. Sci. Mater. Med.**, London, v. 19, no. 3, p. 1349-1354, Oct. 2008.

- KOMORI, P. et al. Effect of 2% chlorhexidine digluconate on the bond strength to normal versus caries-affected dentin. **Oper. Dent.**, Seattle v. 34, no. 2, p. 157-165, 2009.
- LABELLA, R. Polymerization shrinkage and elasticity of flowable composites and filled adhesives. **Dent. Mater.**, Copenhagen, v. 15, no. 2, p. 128-137, Mar. 1999.
- LEITUNE, V. C. et al. Influence of chlorhexidine application on longitudinal adhesive bond strength in deciduous teeth. **Braz. Oral Res.**, São Paulo, v. 25, no. 5, p. 388-392, 2011.
- LEITUNE, V. C. et al. The addition of nanostructured hydroxyapatite to an experimental adhesive resin. **J. Dent.**, Kidlington, v. 41, no. 4, p. 321-327, 2013.
- LEITUNE, V. C. et al. Niobium pentoxide as a novel filler for dental adhesive resin. **J. Dent.**, Bristol, v. 41, no. 2, p. 106-13. 2013a.
- LEITUNE, V. C. et al. Niobium pentoxide as a new filler for methacrylate-based root canal sealers. **Int. Endod. J.**, Oxford, v.46, no.3, p. 205-210, Mar. 2013b.
- LIMA, C. J. et al. Resposta do tecido subcutâneo de camundongos à implantação de um novo biovidro à base de óxido de nióbio. **Rev. Matéria**, Rio de Janeiro, v. 16, n. 1, p. 574-582, 2011.
- LIU, Y. et al. Limitations in bonding to dentin and experimental strategies to prevent bond degradation. **J. Dent. Res.**, Chicago, v. 90, no. 8, p. 953-968, 2011.
- LOHBAUER, U. et al. Zirconia nanoparticles prepared by laser vaporization as fillers for dental adhesives. **Acta Biomater.**, Kidlington, v. 6, no. 12, p.4539-4546, 2010.
- LOPES, J. H. et al. Effect of niobium oxide on the structure and properties of melt-derived bioactive glasses. **J. Am. Ceram. Soc.**, Westerville, v. 97, no. 12, p. 3843- 3852, 2014.
- MEHDAWI, I.M. et al. Highstrength re-mineralizing, antibacterial dental composites withreactive calcium phosphates. **Dent. Mater.**, Copenhagen, v.29, no. 4, p. 473-484, 2013.
- MÜLLER, R. et al. Influences of protein films on antibacterial or bacteria-repellent surface coatings in a model system using silicon wafer. **Biomaterials**, Amsterdam, v. 30, no. 28, p. 4921-4929, 2009.
- NELSEN, R. J.; WOLCOTT R. B.; PAFTENBARGER, G. C. Fluid exchange at the margins of dental restorations. **J. Am. Dent. Assoc.**, Chicago, v. 44, no. 3, p. 289-295, 1952.
- PAULINE, S. A.; RAJENDRAN, N. Effect of Sr on the bioactivity and corrosion resistance of nanoporous niobium oxide coating for orthopaedic applications. **Mater. Sci. Eng. C Mater. Biol. Appl.**, Amsterdam, v. 36, p. 194-205, 2014.
- PALMER, D.S. et al. Temperature extremes produced orally by hot and cold liquids. **J. Prosthet. Dent.**, St. Louis, v. 67, no. 3, p. 325-327, 1992.
- REIS, A. et al. Overview of clinical alternatives to minimize the degradation of the resin-dentin bonds. **Oper. Dent.**, Seattle, v. 38, no. 4, p. 1-25, July/ Aug. 2013.

RODRIGUES, S. A.; FERRACANE, J. L.; DELLA BONA, A. Influence of surface treatments on the bond strength of repaired resin composite restorative materials. **Dent. Mater.**, Copenhagen, v. 25, no. 4, p. 442-451, 2009.

SADAT-SHOJAI, M. Hydroxyapatite nanorods as novel fillers for improving the properties of dental adhesives: synthesis and application. **Dent. Mater.**, Copenhagen, v. 26, no. 5, p. 471-482, 2010.

SCHNEIDER, L.F. et al. Cross-link density evaluation through softening tests: effect of ethanol concentration. **Dent. Mater.**, Copenhagen, v.24, no. 2, p.199-203, 2008.

SHAFIEI, F.; MEMARPOUR, M. Antibacterial activity in adhesive dentistry: a literature review. **Gen. Dent.**, Chicago, v. 60, no.7, p. 346-356, 2012.

SCHULZ, H. et al. Radiopaque dental adhesives: dispersion of flame-made Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/SiO<sub>2</sub> nanoparticles in methacrylic matrices. **J. Dent.**, Bristol, v. 36, no. 8, p.579-587, Apr. 2008.

SHORTALL, A. C.; PALIN, W. M.; BURTSCHER, P. Refractive index mismatch and monomer reactivity influence composite curing depth. **J. Dent. Res.**, Chicago, v. 87, no. 1, p. 84- 88, 2008.

SUN, J. et al. Improving performance of dental resins by adding titanium dioxide nanoparticles. **Dent. Mater.**, Copenhagen, v. 27, no. 10, p. 972-982, 2011.

TAY, F.R. et al. Single-step, self-etch adhesives behave as permeable membranes after polymerization. Part I. Bond strength and morphologic evidence. **Am. J. Dent.**, San Antonio, v. 17, no. 4, p. 271-278, Aug. 2004.

TAY, F.R. et al. Single-step adhesives are permeable membranes. **J. Dent.**, Bristol, v. 30, no. 8, p. 371-382, Sept./Nov. 2002.

TOLEDANO M. et al. A ZnO-doped adhesive reduced collagen degradation favouring dentine remineralization. **J. Dent.**, Bristol, v.40, n. 9, p.756-765, 2012.

TURKUN, M. et al. Is an antibacterial adhesive system more effective than cavity disinfectants. **Am. J. Dent.**, San Antonio, v. 19, no. 3, p. 166-170, 2006.

VAN DIJKEN, J.W. Clinical evaluation of three adhesive systems in class V non-carious lesions. **Dent. Mater.**, Copenhagen, v. 16, no. 4, p. 285-291, 2000.

VAN LANDUYT, K.L. et al. Systematic review of the chemical composition of contemporary dental adhesives. **Biomaterials**, Guilford, v. 28, no. 26, p. 3757-3785, 2007.

XU, Y. **Ferroelectric materials and their applications**. Amsterdam: North Holland - Elsevier Science Publishers, 1991.

SUMÁRIO mineral brasileiro. Brasília: Departamento Nacional de Produção Mineral, 2012. 129 p.