

**UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA
CENTRO DE CIÊNCIAS DA SAÚDE
CURSO DE GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA**

PRISCILA ABRANTES CARNEIRO

**EFEITO DA INCORPORAÇÃO DE DIFERENTES CONCENTRAÇÕES
DE NANOPARTÍCULAS DE PRATA NA RESISTÊNCIA À TRAÇÃO
DIAMETRAL DE COMPÓSITO RESTAURADOR EXPERIMENTAL**

**João Pessoa
2014**

PRISCILA ABRANTES CARNEIRO

**EFEITO DA INCORPORAÇÃO DE DIFERENTES CONCENTRAÇÕES
DE NANOPARTÍCULAS DE PRATA NA RESISTÊNCIA À TRAÇÃO
DIAMETRAL DE COMPÓSITO RESTAURADOR EXPERIMENTAL**

Trabalho de Conclusão de Curso
apresentado ao Curso de Graduação
em Odontologia, da Universidade
Federal da Paraíba em cumprimento
às exigências para conclusão.

Orientadora: Prof^a. Dr^a Fabíola Galbiatti de Carvalho Carlo
Co-orientador: Prof. Dr. Hugo Lemes Carlo

João Pessoa
2014

C289e

Carneiro, Priscila Abrantes.

Efeito da incorporação de diferentes concentrações de nanopartículas de prata na resistência à tração diametral de compósito restaurador experimental / Priscila Abrantes Carneiro. - - João Pessoa: [s.n.], 2015.

103f. : il.

Orientadora: Fabíola Galbiatti de Carvalho Carlo.

Coorientador: Hugo Lemes Carlo.

Monografia (Graduação) – UFPB/CCS.

1. Resinas Compostas. 2. Nanotecnologia. 3. Compostos de Prata. 4. Propriedades Físicas.

PRISCILA ABRANTES CARNEIRO

Trabalho de Conclusão de Curso
apresentado ao Curso de Graduação
em Odontologia, da Universidade
Federal da Paraíba em cumprimento às
exigências para conclusão.

Monografia aprovada em 28, 08, 2014



Prof.ª Fabiola Galbiatti de Carvalho Carlo
(Orientadora – UFPB)



Prof. Hugo Lemes Carlo
(Examinador – UFPB)



Roberta Ferreti Bonan Batista
(Examinadora – UFPB)

Prof. Paulo Rogério Ferreti Bonan
(Examinador – UFPB)

DEDICATÓRIA

A Deus,

Senhor, obrigada porque sei que sempre estás presente em minha vida. Agradeço-Te por Teu perdão e por dar-me uma vida plena e abundante. Agradeço-Te pela Sua compaixão, pela Sua graça, pela Sua bondade, que estão sempre presentes, sustentando-me nos momentos mais difíceis. A Ti, que já és dono de tudo o que sou e que possuo, dedico a minha vida.

Aos meus pais, Karintia e Eunápio, e aos meus avós, Ilma e Nozinho,

Dedico esse trabalho a vocês, por serem as pessoas mais importantes para mim e os que se doaram inteiros e renunciaram aos seus sonhos, para que, muitas vezes, eu pudesse realizar os meus. Obrigada por serem exemplo de perfeição e dedicação a nossa família, e por terem me dado a vida e me ensinado a vivê-la com dignidade. Vovô, lamento não estares mais aqui comigo para presenciar essa vitória, porém fico tranquila e feliz em saber que estás torcendo por mim em algum lugar. Saudades eternas...

AGRADECIMENTOS

Aos professores, **Fabíola Galbiatti de Carvalho Carlo** e **Hugo Lemes Carlo**, por me orientarem de forma brilhante nesse trabalho, e pelo exemplo contínuo de dedicação à nossa Odontologia. Pelos conhecimentos a mim fornecidos, pelo aprendizado e pela dedicação, mostrando sabedoria durante o período de nossa convivência. Para mim, ser orientada por vocês foi uma satisfação imensa e motivo de muito orgulho. Obrigada por tudo.

A todo **corpo docente da Odontologia**, que contribuíram de forma significativa para o meu aprendizado, tornando possível a minha formação e preparação para a realização desse trabalho.

A toda a **minha família** por sempre sonharem e idealizarem a conclusão do meu curso, demonstrando alegria pela minha vitória e pelo meu sucesso. Vocês são meu porto seguro.

Ao meu padrasto, **Cezar**, que sempre esteve presente nas minhas conquistas, me apoiando como um verdadeiro pai. Obrigada por tudo.

A minha tia, **Débora**, por me passar continuamente a sua experiência como cirurgiã-dentista durante os estágios supervisionados em que a acompanhei, servindo-me de exemplo a ser seguido. Espero que um dia consiga seguir seus passos, tendo essa mesma dedicação e competência que a senhora possui.

Ao meu namorado **Newton**, que apareceu na minha vida para enchê-la de coisas boas, e que mostrou ser um grande companheiro, tendo paciência e me amando sempre. Obrigada por sempre elogiar as minhas conquistas e me incentivar.

Aos meus **colegas de universidade**, por esses anos inesquecíveis de convivência, estudos e muitos momentos eternizados, tornando a vida acadêmica mais suave e repleta de saudades. Obrigada por tornarem meus dias mais alegres.

Aos meus amigos, **Amanda, Aline, Ana Elisa, Bruna, Bruno e Thayssa**, por serem o “grupinho” mais especial do mundo, aguentando minha ansiedade e nervosismo. Obrigada pela lealdade, pelos conselhos dados para o meu crescimento e pelas caronas que facilitaram minha vida. Amo vocês.

A minha colega, **Cíntia**, que fez parte dessa pesquisa e me orientou nos momentos de dúvidas, colaborando para a conclusão desse trabalho.

Aos meus **colegas de pensionato**, que são a minha segunda família, e me ajudaram a me adaptar na nova morada, suprimindo a ausência dos meus pais. Obrigada por sempre estarem comigo me dando força para continuar e aguentando meus momentos de estresse.

Aos **pacientes**, que confiaram a mim a sua saúde, proporcionando o meu aprendizado e formação qualificada. Sem vocês a Odontologia não existiria.

A todos, que de alguma forma colaboraram para realização deste trabalho.

Com vocês, compartilho a felicidade de finalizar este trabalho e a gratidão por completar esta etapa de conclusão de curso. Recebam minha eterna gratidão.

“Que os vossos esforços desafiem as impossibilidades, lembrai-vos de que as grandes coisas do homem foram conquistadas do que parecia impossível.”

(Charles Chaplin)

RESUMO

A busca pelo desenvolvimento de materiais restauradores experimentais para melhorar a longevidade das restaurações tem se tornado uma realidade na odontologia restauradora. Este trabalho objetiva avaliar o efeito da incorporação de nanopartículas de prata com diferentes concentrações, em massa, na resistência à tração diametral de compósito restaurador experimental. Foi realizada a síntese de nanopartículas de prata em meio aquoso utilizando Citrato de sódio, seguida da síntese de resina experimental. A partir do composto base, diferentes misturas de compósitos foram obtidas com o acréscimo das nanopartículas de prata nas concentrações: 0 (controle); 0,06%; 0,125%; 0,25%; 0,5%; 1,0% e 2,0% em massa, definindo assim sete compósitos resinosos experimentais. Espécimes cilíndricos foram preparados em matriz de silicone (4mm de diâmetro e 2 mm de altura) para o teste de tração diametral em máquina de ensaios mecânicos universal. Os dados obtidos foram submetidos à análise estatística através do Teste ANOVA One-Way e Tukey ($p=0.05$). O aumento da concentração de incorporação de nanopartículas de prata no compósito experimental aumentou os valores de resistência à tração diametral, sendo as concentrações de 0,125%, 0,5% e 1,0% as que apresentaram estatisticamente os maiores valores. Não houve diferença estatística entre os valores de resistência a tração diametral do grupo com maior concentração de nanopartículas de prata (2,0%) e o grupo controle. De acordo com os resultados obtidos, a concentração de 0,125% poderia ser indicada para manipulação do compósito experimental, por apresentar uma adição relativamente baixa de nanopartículas de prata e o maior valor de resistência. Porém, outros testes mecânicos e de avaliação da atividade antimicrobiana do compósito devem ser conduzidos.

Palavras-chave: Resinas Compostas. Nanotecnologia. Compostos de Prata. Propriedades Físicas.

ABSTRACT

The development of experimental restorative materials to improve the longevity of restorations has become a reality in restorative dentistry. This study evaluated the effect of the incorporation of silver nanoparticles with different concentrations (by weight) in diametral tensile strength of experimental composite. The synthesis of silver nanoparticles was performed in aqueous medium using sodium citrate, followed by synthesis of the experimental resin. The different mixtures of composites were obtained with the addition of silver nanoparticles at concentrations of 0 (control); 0.06%; 0.125%; 0.25%; 0.5%; 1.0% and 2.0% weight, producing seven experimental resin composites. Cylindrical specimens were prepared in the silicone matrix (4mm in diameter and 2 mm height) for diametral tensile strength testing in a universal testing machine. Data were statistically analyzed by One-Way ANOVA test and Tukey ($p=0.05$). The increasing of incorporation of silver nanoparticles in the experimental composite increased significantly the diametral tensile strength. The concentrations of 0.125%, 0.5% and 1.0% showed the highest values. There was no statistical difference between diametral tensile strength values of the group with the highest concentration of silver nanoparticles (2.0%) and the control group. According to the results, the concentration of 0.125% seems to be the most suitable for the experimental composite manipulation, due to its relatively low addition of silver nanoparticles and the largest value of resistance. However, other mechanical tests and antimicrobial activity tests of the experimental composite should be conducted.

Keywords: Composite Resins. Nanotechnology. Silver Compounds. Physical Properties.

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Materiais utilizados na síntese das nanopartículas de prata e da resina experimental.....29

Tabela 2 - Valores de resistência à tração diametral (MPa) dos compósitos experimentais incorporados com diferentes concentrações de nanopartículas de prata.....36

LISTA DE FIGURAS

- Figura 1** - Representação do teste de resistência à tração diametral.....20
- Figura 2** - Solução coloidal contendo nanopartículas de prata após processo de síntese por redução química.....30
- Figura 3** - Processo de liofilização da solução com as partículas de prata. Liofilizador (Terroni® Enterprise II)31
- Figura 4** – A. Quantidade de Bis-GMA e TEG-DMA pesadas em balança de precisão para manipulação do compósito experimental, sob luz amarela para não iniciar a polimerização; B. Frasco de vidro ambar, para proteção da luz, contendo Bis-GMA, TEG-DMA, canforoquinona, DMAEMA e BHT já proporcionados para manipulação do compósito.....32
- Figura 5** – A. Nanopartículas de prata pesadas. B. Nanopartículas de prata incorporadas no compósito.....32
- Figura 6** - Compósito experimental contendo nanopartículas de prata.....33
- Figura 7** - A. Confeção dos espécimes do compósito experimental contendo nanopartículas de prata sob placa de vidro utilizando matriz de silicone. B. Corpo de prova polimerizado.....34
- Figura 8** - Teste de resistência à tração diametral. A. Início da aplicação da força. B. Momento da fratura do corpo de prova.....34

LISTA DE SIGLAS

Ag - prata

Ag⁺ - íons prata

AgNO₃ - nitrato de prata

AgNP - nanopartícula de prata

AgNPs - nanopartículas de prata

ANOVA - análise de variância

BHT - hidroxitolueno butilado

Bis-GMA - bisfenol glicidil metacrilato

CQ - canforoquinona

D - diâmetro do corpo de prova

DMAEMA - metacrilato de dimetilaminoetil

DNA - ácido desoxirribonucleico

E. coli - *Escherichia coli*

EDMA - etileno glicol dimetacrilato

et al. - E colaborador (es)

g - grama

h - altura do corpo de prova

h - hora

L - carga

L. casei - *Lactobacillus casei*

LED - diodo emissor de luz

K - Kelvin

mg - miligrama

mL - mililitro

mm - milímetro

MPa - mega pascal

n - número

nm - nanômetro

p - página

PAE - película adquirida do esmalte

pH - potencial hidrogeniônico

ppm - parte por milhão

QADM - dimetacrilato quaternário de amônio

R - resistência

s - segundo

SBMP - Scotchbond Multi-Purpose

S. mitis - *Streptococcus mitis*

S. mutans - *Streptococcus mutans*

S. sanguis - *Streptococcus sanguis*

S. sobrinus - *Streptococcus sobrinus*

S. mutans - *Streptococcus mutans*

TEGMA- trielienoglicol dimetacrilato

UDMA - uretano dimetacrilato

v - volume

µm - micrômetro

% - percentual

µL - microlitro

°C - graus celcius

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO.....	15
2. REVISÃO DA LITERATURA.....	17
2.1 RESINAS COMPOSTAS.....	17
2.2 A DOENÇA CÁRIE.....	20
2.3 NANOPARTÍCULA DE PRATA.....	22
2.4 RESINA COMPOSTA CONTENDO NANOPARTÍCULA DE PRATA.....	23
3. PROPOSIÇÃO.....	28
3.1 OBJETIVO GERAL.....	28
3.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	28
4. MATERIAIS E METODOS.....	29
4.1 SÍNTESE DAS NANOPARTÍCULAS DE PRATA.....	29
4.2 SÍNTESE DA RESINA EXPERIMENTAL.....	31
4.3 DETERMINAÇÃO DA RESISTÊNCIA À TRAÇÃO DIAMETRAL DOS COMPÓSITOS EXPERIMENTAIS.....	33
4.4 ANÁLISE ESTATÍSTICA.....	35
5. RESULTADOS.....	36
6. DISCUSSÃO.....	37
7. CONCLUSÕES.....	40
8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	41

1 INTRODUÇÃO

A resina composta é um dos materiais restauradores diretos mais amplamente utilizados na Odontologia atual. Isso decorre, principalmente, de sua capacidade de adesão à estrutura dental, de suas propriedades mecânicas e da disponibilidade de matizes que provêm quase que ilimitadas possibilidades de mimetizar a estrutura dental (MORAES et al., 2008).

Basicamente, um compósito dental consiste de quatro componentes principais: matriz orgânica, partículas inorgânicas de carga, agente de união e sistema iniciador-acelerador (MORAES et al., 2009; POWERS; CRAIG, 2004). Monômeros resinosos são os principais componentes da matriz orgânica, sendo estes responsáveis pela transformação dos monômeros em polímeros, o que chamamos de polimerização (RUEGGEBERG, 2002). As partículas de carga são responsáveis por aumentar as propriedades mecânicas, diminuir o coeficiente de expansão térmica e reduzir a contração de polimerização (RUEGGEBERG, 2002).

Apesar das inúmeras vantagens, as resinas compostas ainda são alvos de estudos constantes. Análises “in vivo” demonstraram que as restaurações de resina apresentaram maior acúmulo de biofilme sobre suas superfícies do que outros materiais restauradores (FÚCIO et al., 2008; FÚCIO et al., 2009). O biofilme dental, por sua vez, está relacionado com a progressão das doenças cárie e periodontal. Entre os vários microrganismos que o compõem, *Streptococcus mutans* são os principais relacionados com a doença cárie e que apresentam alta virulência, devido às características acidogênicas e acidúricas. (HAMADA; SLADE, 1980). Tal acúmulo sobre a interface dente/restauração é uma das principais causas da ocorrência de cárie secundária, sendo observado que o desenvolvimento de tal doença é um dos principais desafios à longevidade das restaurações (CARVALHO et al., 2012).

A capacidade dos materiais restauradores de resistirem às forças mastigatórias e às mais variadas substâncias presentes na cavidade bucal é um importante requisito para o seu desempenho clínico (FÚCIO et al., 2008). Aproximadamente metade de todas as restaurações diretas realizadas na cavidade bucal de pacientes tende a falhar em um período de 10 anos e substituí-las consome quase 60% do tempo de trabalho do cirurgião-dentista (CARVALHO et al., 2012; DELIGEORGI; MJOR; WILSON, 2001). Fundamentalmente, os fatores que causam

efeitos deletérios sobre os materiais incluem o baixo pH da cavidade bucal, decorrente dos microrganismos do biofilme (FÚCIO et al., 2009; WILLERSHAUSEN et al., 1999), o consumo de alimentos e bebidas ácidas (BADRA et al., 2005; BRISO et al., 2011; SOARES et al., 2012; YAP et al., 2005) e a ação de enzimas (FINER; SANTERRE, 2004; MIRMOHAMMADI et al., 2011).

Diante de tais desvantagens, existe uma grande necessidade de tentar melhorar a longevidade das restaurações de resina. Uma das maneiras para se atingir tal objetivo pode ser a incorporação de agentes bioativos na formulação dos materiais, com o objetivo de combater os agentes microbianos e protegê-los dos efeitos nocivos de tais agentes (CHENG et al., 2012).

A ação antimicrobiana e antifúngica de compostos de prata é proporcional à quantidade de íons bioativos liberados e a sua disponibilidade para interagir com as membranas das células microbianas (JUNG et al., 2008). Dessa forma, a prata poderia ser incorporada em compósitos restauradores para exercer atividade antimicrobiana e auxiliar na menor deposição de biofilme, favorecendo a longevidade das restaurações. Entretanto, compósitos contendo íons de prata normalmente apresentam liberação rápida destes e podem, portanto, perder sua atividade antibacteriana rapidamente (KUMAR; HOWDLE; MUNSTEDT, 2005). Comparativamente, nanopartículas de prata incorporadas a uma matriz polimérica comportam-se como um grande reservatório de íons que são liberados a uma taxa constante, aumentando o efeito antibacteriano (KUMAR; HOWDLE; MUNSTEDT, 2005).

Assim, o objetivo do presente estudo foi desenvolver um compósito experimental, com potencialidade comercial, incorporando diferentes concentrações de nanopartículas de prata à matriz polimérica e partículas de carga para analisar o efeito dessa incorporação na resistência à tração diametral do compósito.

2 REVISÃO DA LITERATURA

2.1 Resinas Compostas

As resinas compostas são utilizadas para substituir a estrutura dentária perdida, devolver a função, modificar a cor e o contorno dos dentes, permitindo também uma estética adequada (POWERS; CRAIG, 2004).

O desenvolvimento das resinas compostas, em meados dos anos 60, resultou em melhores propriedades mecânicas em comparação aos silicatos e resinas acrílicas anteriormente usados (POWERS; CRAIG, 2004).

A resina composta apresenta em sua composição quatro componentes principais: matriz orgânica, partículas de carga inorgânica, agente de união e sistema iniciador-acelerador (MORAES et al., 2009; POWERS; CRAIG, 2004).

Os monômeros são os principais componentes da matriz orgânica, apresentando a função de formar uma massa com plasticidade adequada para restituir o elemento dentário. Os mais comumente utilizados são o Bis-GMA, o UDMA, o TEGMA e o EDMA (REIS; LOGUERCIO, 2007).

As partículas inorgânicas, ou partículas de carga, apresentam-se dispersas, podendo consistir de vários materiais, tais como vidro, quartzo ou sílica coloidal (POWERS; CRAIG, 2004). Essas partículas exercem basicamente a função de aumentar as propriedades mecânicas do material, uma vez que sua incorporação diminui a quantidade de matriz orgânica, minimizando algumas desvantagens, tais como: alto coeficiente de expansão térmica linear, contração de polimerização e sorção de água (REIS; LOGUERCIO, 2007).

Os compósitos restauradores podem ser classificados a partir do tamanho, formato e distribuição das partículas inorgânicas. (POWERS; CRAIG, 2004; REIS; LOGUERCIO, 2007). Os compósitos encontrados são classificados como macroparticulados, microparticulados, híbridos, microhíbridos, nanohíbridos e nanoparticulados (REIS; LOGUERCIO, 2007).

As resinas de macropartículas, também chamadas convencionais, apresentam as suas partículas com tamanho variando de 15 a 100 µm. A partícula de carga presente é o quartzo inorgânico. Esses compósitos apresentam deficiências relacionadas à rugosidade superficial, dificultando o polimento (CHAIN;

BARATIERI, 1998), o que poderia acarretar um maior acúmulo de biofilme. Não são encontrados atualmente no mercado (REIS; LOGUERCIO, 2007).

As resinas de micropartículas apresentam em sua composição partículas de carga de sílica pirogênica ou sílica coloidal, na ordem de 0,04 μm (CHAIN; BARATIERI, 1998). Proporcionam restaurações com superfícies mais lisas, resultando em alto grau de polimento e boa estética (BARATIERI et al., 2002).

As resinas híbridas e micro-híbridas são compósitos que possuem mistura de partículas (micro e macropartículas). Essas resinas são formadas, em sua maioria, por aproximadamente 10 a 20% de micropartículas de sílica coloidal e 75 a 80% de macropartículas de vidro de metais pesados (% em peso). A combinação entre essas partículas de carga confere algumas propriedades ao material, tais como, aumento das propriedades de resistência ao desgaste e aumento da lisura superficial. Além disso, a incorporação de micropartículas melhora as propriedades mecânicas da matriz da resina, fazendo com que aumente a força coesiva da matriz e, conseqüentemente, dificulte a existência e propagação de trincas (CHAIN; BARATIERI, 1998).

Atualmente as resinas compostas mais utilizadas são as nanoparticuladas e nanohíbridas (OLIVEIRA et al., 2011). As resinas nanoparticuladas apresentam partículas de carga de aproximadamente 0,02 μm , envolvendo partículas nanométricas (20 a 75 nm). As suas características conferem propriedades superiores quando comparadas aos compósitos híbridos, tais como, fácil manipulação, melhor polimento, adequada resistência para ser indicada em dentes posteriores por causa de sua alta quantidade de carga, e propriedades ópticas e de lisura semelhantes ou superiores às resinas compostas microparticuladas (MITRA; WU; HOLMES, 2003). Já, as resinas nanohíbridas são microhíbridas com nanopartículas adicionadas da ordem de menos de 100 nm até partículas maiores de 0,7 μm (REIS; LOGUERCIO, 2007).

A adequada adesão entre as partículas inorgânicas e matriz orgânica durante a cura também interfere nas propriedades dos compósitos. Esta adesão é realizada pelos agentes de união, sendo o mais comum o silano. Os silanos contêm grupos funcionais, que hidrolisam e reagem com as partículas inorgânicas e grupos orgânicos insaturados, os quais reagem com os oligômeros durante a polimerização, proporcionando uma ligação entre as fases orgânica e inorgânica do compósito. A

adesão é executada pelo fabricante, que trata a superfície das partículas com agente de união antes de misturá-las com o monômero (POWERS; CRAIG, 2004).

O acelerador e os iniciadores permitem a autoativação ou a dupla ativação do compósito restaurador. A reação de polimerização para os compósitos autopolimerizáveis é iniciada quimicamente com o peróxido e por uma amina aceleradora, já a polimerização dos compósitos fotoativados é iniciada pela luz. Os produtos de ativação dupla combinam ativação química e pela luz. A ativação pela luz é executada com a luz azul, que geralmente é absorvida por um fotoativador, como a canforoquinona, no comprimento de onda da luz azul. Uma amina orgânica é utilizada para acelerar a reação. Em temperatura ambiente, tanto a amina como a canforoquinona são estáveis (POWERS; CRAIG, 2004).

Os óxidos inorgânicos geralmente são adicionados em pequenas quantidades para fornecer tonalidades semelhantes à estrutura dentária (POWERS; CRAIG, 2004), favorecendo a estética.

Para obter um desempenho clínico bem sucedido, as resinas compostas necessitam ter uma durabilidade a longo prazo (CARVALHO et al., 2012). Tal durabilidade é fortemente influenciada não só pelas características intrínsecas do material, mas também pelo ambiente ao qual está exposto (TURSSI et al., 2002). A ação do biofilme na estrutura do material e variações de temperatura e presença de meio úmido podem a curto ou longo prazo, desencadear um efeito deletério sobre a rede polimérica e modificar a sua estrutura e suas propriedades físicas (MORAES et al., 2008; FINER; SANTERRE, 2004; FÚCIO et al., 2008; FÚCIO et al., 2009). A degradação da superfície da resina pode causar mudanças microscópicas que podem alterar a sua lisura superficial e interferir na estética e saúde bucal. As superfícies mais rugosas e irregulares, causadas pela degradação de ácidos bacterianos ou da dieta, bem como pelas tensões mecânicas, favorece a adesão bacteriana e a maturação de biofilme, podendo não somente interferir na restauração, mas também no desenvolvimento de cáries recorrentes (BOLLEN; LAMBRECHTS; QUIRYNEN, 1997; FÚCIO et al., 2008; FÚCIO et al., 2009).

Uma das propriedades mecânicas do material restaurador é a resistência à tração diametral, sendo importante sua medição nos casos em que os materiais estejam mais propensos a falhas sob tensão (NOORT, 2004). O teste de resistência à tração diametral geralmente é determinado através da submissão de um cilindro à

carga de compressão (ANUSAVICE, 2005), sendo de fácil medição e com resultados reproduzíveis (ANUSAVICE, 2005; NOORT, 2004). Nesse método, uma carga compressiva é aplicada na lateral de um corpo de prova curto (cilindro) produzindo uma tensão de tração perpendicular ao plano vertical que passa pelo centro do cilindro. A fratura ocorre ao longo desse plano vertical, sendo a tensão de tração diretamente proporcional à carga aplicada (ANUSAVICE, 2005). O valor da resistência à tração diametral é obtido pela fórmula observada na Figura 1 (TOLOSA et al., 2005). Porém, vale ressaltar, que a medição da resistência à tração convencional de materiais friáveis é bastante difícil, podendo provocar uma dispersão considerável dos dados obtidos (NOORT, 2004).

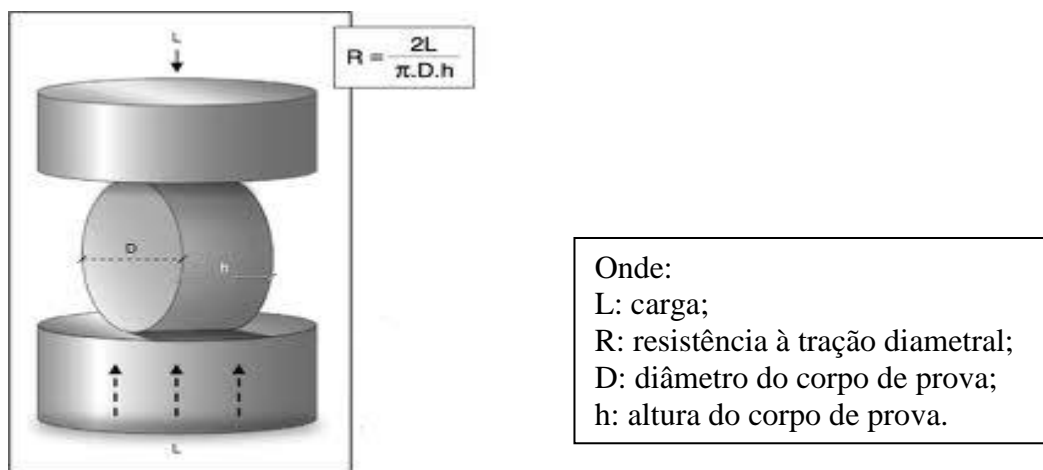


Figura 1 - Representação do teste de resistência à tração diametral.

Fonte: TOLOSA, M. C. C. G. et al. Influence of composite restorative materials and light-curing units on diametrical tensile strength. **Braz Oral Res.**, v. 19, n. 2, p. 123-6, 2005.

2.2 A Doença Cárie

A cárie dentária é uma doença crônica e infecto-contagiosa, causada pela desmineralização da superfície dentária por ácidos provenientes da fermentação de carboidratos presentes na dieta. Tal fermentação é realizada por bactérias localizadas na cavidade bucal (LEITES; PINTO; SOUSA, 2006).

A acidez provocada leva à dissolução do fosfato de cálcio das camadas superficiais da estrutura de esmalte, liberando fosfato e cálcio para o meio bucal, o que resulta na perda gradativa da estrutura dentária (NARVAI, 2000).

O biofilme dental é o fator de maior importância na etiologia da cárie e também das doenças periodontais (HAMADA; SLADE, 1980). A formação do biofilme dental se dá através da fixação de bactérias sobre as superfícies dentárias

(GEBARA; ZARDETTO; MAYER, 1996). Ao erupcionar, o elemento dentário passa a ser revestido por uma película livre de bactérias, conhecida como película adquirida do esmalte (PAE) (HANNIG; JOINER, 2006). O biofilme dental começa a se formar sobre a PAE, sendo constituído por uma comunidade microbológica envolvida por uma matriz extracelular produzida pelas próprias bactérias (CURY; VÁSQUEZ-CCAHUANA, 2010).

Dentre os microorganismos mais atuantes, pode-se citar: *S. mitis*, *S. sagüis*, *S. sobrinus*, *S. mutans* e *L. casei* (GEBARA; ZARDETTO; MAYER, 1996).

Streptococcus mutans são os principais microorganismos associados à doença cárie, uma vez que apresentam a capacidade de metabolização rápida dos açúcares provenientes da dieta, e também a capacidade de criar um ambiente de pH reduzido (ácido) e promover maior competição entre os microorganismos presentes (CURY; VÁSQUEZ-CCAHUANA, 2010). *Streptococcus mutans* apresentam características que o tornam um microorganismo de grande potencial cariogênico, tais como: capacidade de armazenar carboidratos na forma de polissacarídeos extracelulares que contribuem para a formação de um biofilme espesso, além de polissacarídeos intracelulares, usados em momentos de baixa oferta de carboidratos no meio externo (THYLSTRUP; FEJERSKOV, 1994); grande capacidade de colonizar superfícies não desquamativas, como a estrutura dentária e materiais restauradores (FLÓRIO et al., 2004); capacidade acidúrica, que permite sua sobrevivência em pH ácido; capacidade acidogênica de produzir o ácido láctico, responsável pela desmineralização no início do desenvolvimento da cárie (THYLSTRUP; FEJERSKOV, 1994).

A cárie secundária, também chamada de recorrente, pode ser resultado da penetração de microorganismos ao redor das margens de restaurações mal adaptadas (MARCH; MARTIN, 2005). Os materiais restauradores poliméricos apresentam contração de polimerização que pode resultar na formação de fendas na interface dente/material restaurador, propiciando a colonização por microorganismos, o que poderia favorecer o aparecimento de cárie secundária (KIDD; TOFFENETTI, 1992).

Cerca de 60% dos procedimentos restauradores são acometidos por cárie recorrente (MJOR; TOFFENETTI, 2000). Métodos como uso de bochechos antimicrobianos e adequada técnica de escovação são eficazes no controle da

doença cárie, porém a utilização de materiais restauradores com atividade antimicrobiana seria interessante para auxiliar neste processo de controle de formação de cárie recorrente (FAN et al., 2011).

2.3 Nanopartícula de Prata

A prata possui uma longa e intrigante história de utilização como antibiótico em saúde humana (JUNG et al., 2008). O metal já foi utilizado na purificação da água, no tratamento de feridas, em próteses ósseas, em dispositivos cardíacos e em catéteres e dispositivos cirúrgicos (LANSDOWN, 2006; LEE et al., 2007). O avanço da biotecnologia permitiu a incorporação de íons de prata em tecidos, com a finalidade clínica de reduzir o risco de infecções hospitalares e para a higiene pessoal (LEE et al., 2007).

Compostos inorgânicos de prata podem se ionizar na presença de água, fluidos corporais ou exsudatos de tecido. O íon prata é biologicamente ativo e pode facilmente interagir com as proteínas, especialmente aquelas com grupos tiol, com resíduos de aminoácidos livres, ânions e receptores de membranas celulares (LEE et al., 2007), funcionando assim como inativadores de enzimas importantes, o que afeta o mecanismo de replicação do DNA bacteriano (MORONES et al., 2005). A sensibilidade bacteriana à prata é determinada geneticamente e relaciona-se com os níveis de captação intracelular de prata e a sua capacidade de interagir com sistemas de enzimas-chave que se desnaturam irreversivelmente (JUNG et al., 2008).

O mecanismo da atividade da prata é largamente atribuído aos seus íons, ao invés do metal propriamente dito (JUNG et al., 2008). Os efeitos antimicrobiano, antifúngico e antiviral de compostos contendo prata é proporcional à quantidade de íons de prata (Ag^+) livres e a sua disponibilidade para interagir com membranas de células bacterianas ou fúngicas (LANSDOWN; SILVER, 2002). Quando na forma de nanopartícula de prata (AgNP), os íons de prata vão sendo liberados lentamente, maximizando o seu efeito (KUMAR et al., 2008). Tem sido demonstrado que a prata elimina mais de 650 agentes patogênicos e não cria resistência (PETICA et al., 2008).

As nanopartículas de prata (AgNPs) têm mostrado os seus efeitos antimicrobianos contra vários microrganismos, tais como, *E. coli*, *Staphylococcus*

aureus, *Staphylococcus epidermidis*, *Candida albicans* e *Streptococcus mutans* (KASSAEE et al., 2008; SHE, 2004). Isso ocorre devido aos danos causados pelas AgNPs no processo de respiração celular e permeabilidade ao entrarem em contato com as membranas celulares desses patógenos. As AgNPs ainda se ligam ao enxofre e ao fósforo presentes no DNA, impedindo a divisão celular (MORONES et al., 2005).

As nanopartículas metálicas podem ser preparadas por vários métodos, de modo que sua estabilidade, tamanho e propriedades são dependentes do método de síntese utilizado (KHANNA et al., 2007). O método mais simples e descrito na literatura para a preparação das nanopartículas de prata é a redução química de sais metálicos estabilizantes (PILLAI; KAMAT, 2004), sendo baseado na redução química de sais de prata em meio aquoso (YIN et al., 2004). Para isso, são utilizados sais metálicos solúveis, agentes redutores e agentes estabilizantes (PILLAI; KAMAT, 2004).

Muitos métodos de redução química têm sido usados para a síntese de nanopartículas de prata derivadas de sais, sendo amplamente utilizado o Nitrato de prata (AgNO_3) como material de partida (GARCIA, 2011). Os métodos de redução podem variar de acordo com o tipo do agente redutor, a quantidade e concentração deste, a temperatura de reação, a velocidade de agitação e a duração do processo de redução, de modo que os diâmetros das partículas de prata sintetizadas dependem dessas condições. O Citrato de sódio tem sido amplamente utilizado como agente redutor devido à baixa toxicidade e à relativa facilidade de obtenção. É importante ressaltar que grande parte das utilizações da prata coloidal exige uma solubilidade em água com a devida manutenção das propriedades físicas e químicas (GARCIA, 2011). Durante a reação de redução da prata, pode-se observar a mudança de coloração do Nitrato de prata de incolor para amarelo-pálido resultante da formação de prata metálica sob forma de nanopartículas (PILLAI; KAMAT, 2004).

As AgNPs também podem ser sintetizadas utilizando métodos eletroquímicos, decomposição térmica, ablação a laser, irradiação por micro-ondas, processos de micelas reversas, entre outras formas (YIN et al., 2004).

2.4 Resina composta contendo Nanopartícula de Prata

O desenvolvimento de materiais restauradores que apresentem potencial antimicrobiano tem se tornado uma realidade para auxiliar na redução do

aparecimento de cárie recorrente. Dentro deste contexto, a incorporação de nanopartículas de prata à resina composta tem sido estudada (KASRAEI et al., 2014; KASRAEI; AZARSINA, 2012; CHENG et al., 2012; DURNER et al., 2011).

A grande maioria dos estudos na literatura avaliaram o efeito antibacteriano de compósitos incorporados com nanopartículas de prata e mostraram atividade principalmente contra *S. mutans* (CHENG et al., 2012; KASRAEI et al., 2014; YOSHIDA et al., 1999). Yoshida et al. (1999) demonstrou que concentrações até 10% AgNP em compósito possuiu atividade bactericida contra *S. mutans*. A concentração de 1% AgNP em compósito foi avaliada por Kasraei et al. (2014) e demonstrou atividade antibacteriana contra *S. mutans* e *Lactobacillus*. Segundo os autores esta concentração baixa (1%) foi utilizada para evitar efeitos tóxicos da prata.

Como a atividade antimicrobiana da AgNPs em compósitos odontológicos já está definida na literatura, os desafios principais da incorporação de AgNPs em compósitos estão relacionados com o preparo das nanopartículas, alteração de cor da resina, toxicidade e interferência nas propriedades mecânicas (KASRAEI et al., 2014). Porém, poucos estudos investigaram o efeito da incorporação destas nanopartículas nas propriedades mecânicas do compósito.

Um dos desafios para a preparação de nanopartículas de prata é o controle do tamanho e da dispersão das nanopartículas dentro da matriz polimérica (SANTOS; MARZAN, 2008). Partículas com tamanhos inferiores a 100 nm são desejáveis, pois o tamanho reduzido permite uma maior área de superfície, o que favorece a redução da concentração das mesmas sem redução de sua eficácia. Uma concentração mais baixa também é preferível, a fim de se manter suficiente efeito antibacteriano sem afetar negativamente as propriedades do compósito (mecânicas e óticas) (KAWASHITA et al., 2000).

As diferentes formas de síntese das AgNPs, tais como a redução química de ions prata (Ag⁺) em soluções aquosas, com ou sem agentes de estabilização, a decomposição térmica em solventes orgânicos, produtos químicos e fotoredução em micelas inversas, e de radiação e a redução química, não conseguem proporcionar invariavelmente dispersões de Ag⁺, podendo afetar a incorporação adequada e, conseqüentemente, as propriedades mecânicas da resina (SONDI; GOIA; MATIJEVIC, 2003).

Em estudo comparando a incorporação de três materiais contendo prata (Novaron, Amenitop e AIS) em resina fotoativada à base de TEGDMA-UDMA, Yoshida et al. (1999) avaliou a atividade antibacteriana a longo prazo, as propriedades mecânicas e a liberação de íons prata. Compósitos resinosos contendo 5% de peso de Novaron e 7% de peso de Amenitop inibiram o crescimento do *Streptococcus mutans* após imersão em água por três meses, havendo nenhuma ou quase insignificante liberação de íons prata. Entretanto, os compósitos contendo 7% de Amenitrop sofreram alterações em suas propriedades mecânicas (resistência à compressão e flexural). Dessa forma, os resultados indicaram que a incorporação de materiais contendo prata, como o Novaron, em resinas fotoativadas pode ser clinicamente viável, devido ao seu efeito inibidor a longo prazo contra *S. Mutans* e propriedades mecânicas favoráveis.

Kasraei e Azarsina (2012) avaliaram o efeito da incorporação de nanopartículas de prata no ângulo de contato (molhabilidade) de compósitos à base de silorano (P90) e de metacrilato (Z250). Foi observado que a adição de 0,5% de nanopartículas de prata causou uma redução significativa no ângulo de contato.

O estudo de Sokolowski et al. (2014) avaliou a resistência à tração diametral da adição de nanopartículas de prata, ouro e sílica em resina composta experimental. A resina composta foi modificada com sílica (24 µg Arsil + 14 µg Areosil + 2 g SDR); nanopartículas de prata (20 µL nano Ag 2000 ppm + 2 g SDR; 20 µL nano Ag 5000 ppm + 2 g SDR); e com nanopartículas de prata associadas a nanopartículas de ouro (15 µL nano Ag 5000 ppm + 5 µL nanoAu 50 ppm + 2 g SDR). Não foi observada diminuição das propriedades mecânicas do compósito, sugerindo que esta adição pode ser aplicada em condições clínicas. O grupo controle apresentou resistência à tração diametral de 34,01 MPa, enquanto os grupos experimentais apresentaram, respectivamente: 37,11 MPa, 27,42 MPa, 24,17 MPa e 25,74 MPa, não havendo diferenças estatisticamente significantes entre eles. Além disso, a microdureza também foi avaliada, sendo observado o seu aumento em todos os compósitos com adição de nanopartículas em comparação com o grupo controle.

Durner et al. (2011) em seu estudo, buscou avaliar se a adição de nanopartículas de prata poderia levar ao aumento da quantidade de substâncias lixiviadas após a polimerização dos compósitos dentais. Para isso, 0,0125, 0,025,

0,05, 0,1 e 0,3% em peso de nanopartículas de prata foram adicionados ao composto comercial Tetric Flow[®]. Após fotoativação, as amostras foram armazenadas por 7 dias em metanol, sendo analisadas através de cromatografia gasosa/espectrometria de massa. Após 24 horas do início do experimento, foram encontrados 132 mol/L de Canforoquinona, 33,4 mol/L de BisEMA e 4,4 mol/L de TEGDMA nos espécimes contendo 0,3% de prata (Ag). O aumento nas concentrações de substâncias lixiviadas mostrou que a adição de nanopartículas de prata poderia influenciar no processo de polimerização de compósitos resinosos. Esse processo pode ocorrer através de quatro possíveis mecanismos: interferindo na reflexão ou absorção dos fótons, transferência de elétrons das nanopartículas ou para as mesmas, e ainda na formação de complexos com íons prata (Ag+).

Cheng et al. (2012) em seu estudo buscou desenvolver novos primers dentinários com ação antibacteriana pela adição de nanopartículas de prata e dimetacrilato quaternário de amônio (QADM) ao agente de união Scotchbond Multi-Purpose ("SBMP"). Foi observado que os primers contendo nanopartículas de prata e dimetacrilato quaternário de amônio apresentaram altíssima atividade antibacteriana sem, no entanto, comprometer a resistência de união. Além disso, quando os dois compostos foram incorporados no mesmo primer, esse mostrou o maior efeito antibacteriano, podendo ter grande aplicabilidade em outros sistemas adesivos, inibindo o acúmulo de biofilme e cáries secundárias.

Ahn et al. (2009) não encontraram nenhuma diferença significativa na resistência ao cisalhamento entre os adesivos contendo nanopartículas de sílica e AgNPs com os adesivos convencionais, indicando que a incorporação de nanopartículas de prata podem não ter efeito adverso sobre as propriedades mecânicas dos adesivos contendo nanopartículas de sílica, desde que quantidades apropriadas sejam utilizadas.

Nanopartículas de prata foram adicionadas a resina acrílica (PMMA) para alcançar propriedades antimicrobianas no estudo de Sodagar et al. (2012) O objetivo deste estudo foi investigar o efeito das AgNPs na resistência flexural desse material. Para isso, um líquido acrílico contendo 0,05% e 0,2% de AgNPs foi preparado para dois tipos de resinas acrílicas: Rapid Repair e Selecta Plus. Para cada um, a resistência à flexão foi investigada. Rapid Repair sem AgNPs apresentou a maior resistência à flexão. A adição de 0,05% de AgNPs em Rapid Repair,

diminuiu significativamente a sua resistência à flexão. Porém, continuando a adição até 0,2% a resistência voltou aos níveis iniciais. Em contraste, a adição de AgNPs em Selecta Plus aumentou a sua resistência à flexão, sendo que a adição de 0,05% de nanopartículas era mais eficaz do que 0,2%. Concluiu-se que o efeito de AgNPs na resistência à flexão de PMMA depende de vários fatores, incluindo o tipo de acrílicos e as concentrações de nanopartículas de prata.

3 PROPOSIÇÃO

3.1 Objetivo Geral

Desenvolver um compósito restaurador experimental incorporando nanopartículas de prata em diferentes concentrações.

3.2 Objetivos Específicos

- Avaliar se a incorporação de nanopartículas de prata com diferentes concentrações (0; 0,06%; 0,125%; 0,25%; 0,5%; 1,0% e 2,0%), em massa, interfere na resistência à tração diametral do compósito restaurador experimental.
- Avaliar qual a concentração de nanopartículas de prata possui maior valor de resistência à tração diametral.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 Síntese das nanopartículas de prata

Para a síntese das nanopartículas de prata e da resina experimental foram utilizados os materiais descritos na Tabela 1.

Tabela 1 – Materiais utilizados na síntese das nanopartículas de prata e da resina experimental.

Material	Fabricante
Citrato de Sódio	Sigma Aldrich
Carboximetilcelulose Sódica	CMC
Pluronic™ F68	Sigma-Aldrich
Nitrato de prata (AgNO ₃)	Platlab
BHT (hidroxitolueno butilado)	Sigma Aldrich
DMAEMA (metacrilato de dimetilaminoetil)	Sigma Aldrich
Canforoquinona	Sigma Aldrich
Bis-GMA (bisfenol glicidil metacrilato)	Sigma Aldrich
TEGDMA (Trietilenoglicol dimetacrilato)	Sigma Aldrich

Essa etapa foi conduzida utilizando a estrutura do Laboratório de Biomateriais I, CCS (UFPB). De acordo com o método proposto por Turkevich (1951), o processo de síntese foi realizado apenas com reagentes de ação biocompatível. A redução química dos sais de prata deu-se a partir do Citrato de Sódio 1% (Sigma-Aldrich), atuando como agente estabilizador e redutor de íons prata. Para a realização do ensaio, 50 mL de água deionizada previamente esterilizada foi colocada em um becker em aquecimento constante à 89°C. Na sequência, 0,009g do Nitrato de Prata (AgNO₃) (Platlab) e 0,02g do agente estabilizador polimérico, o Carboximetilcelulose Sódica (CMC), foram adicionados em agitação magnética constante (Figura 2). Em

seguida, 1 mL da solução de Citrato de Sódio a 1% foi adicionada às soluções através de uma bomba peristáltica de injeção (HARVARD APPARATUS® - Pump 11), com velocidade de gotejamento de uma gota por segundo. A agitação foi controlada por 20 minutos após adição do Citrato de Sódio a 1%. Após o tempo pré-estabelecido, 0,6 g de copolímero Pluronic™ F68 (Sigma-Aldrich) foi adicionado e, logo após, a solução foi resfriada até atingir a temperatura de 52°C. A agitação foi mantida por mais 20 minutos. Todo o processo de síntese das AgNP foi realizado mantendo o controle do pH entre 6,0-7,0.



Figura 2 – Solução coloidal contendo nanopartículas de prata após processo de síntese por redução química.

O processo de liofilização foi aplicado para a obtenção de AgNPs em meio sólido, através da desidratação da solução obtida. Foi realizado o gotejamento deste em nitrogênio líquido (temperatura equivalente a $-195^{\circ}\text{C}/78\text{K}$) a fim de obter o seu congelamento imediato. Logo após, o material congelado foi posto no Liofilizador (Terroni® Enterprise II), o qual possibilitou a remoção da água por sublimação em condições de pressões e temperaturas altamente negativas e sem a presença de oxigênio, o que permite sua estabilidade no vácuo (Figura 3).



Figura 3 – Processo de liofilização da solução com as partículas de prata. Liofilizador (Terroni® Enterprise II).

Após o processo de liofilização, os tubos falcons contendo as partículas de prata foram armazenados na ausência de luminosidade e em um recipiente com sistema de forte vedamento preenchido por sílica azul para o controle da umidade.

4.2 Síntese da resina experimental

Um compósito base foi obtido a partir da mistura dos monômeros 2,2-bis [4-(2-hidróxi-3-metilacriloxipropoxi)fenil]-propano) – Bis-GMA (Sigma-Aldrich, Milwaukee, WI, EUA) e dimetacrilato de trietilenoglicol – TEGDMA (Sigma-Aldrich) na proporção 0,8:0,2 em massa. Os monômeros foram utilizados sem purificação adicional. Ao composto base foi adicionado, como sistema fotoiniciador, 1%mol de canforoquinona (CQ, Sigma-Aldrich) e 2%mol de metacrilato de dimetilaminoetil (DMAEMA, Sigma-Aldrich), e uma quantidade de 0,1%mol de hidroxitolueno butilado (BHT, Sigma-Aldrich) como inibidor (Figura 4). Em cada formulação foram adicionados 60% em peso de partículas silanizadas de vidro de bário-alumínio-silicato com diâmetro médio de 0,7 μ m (Esstech Inc., Essington, Pensilvânia, USA).

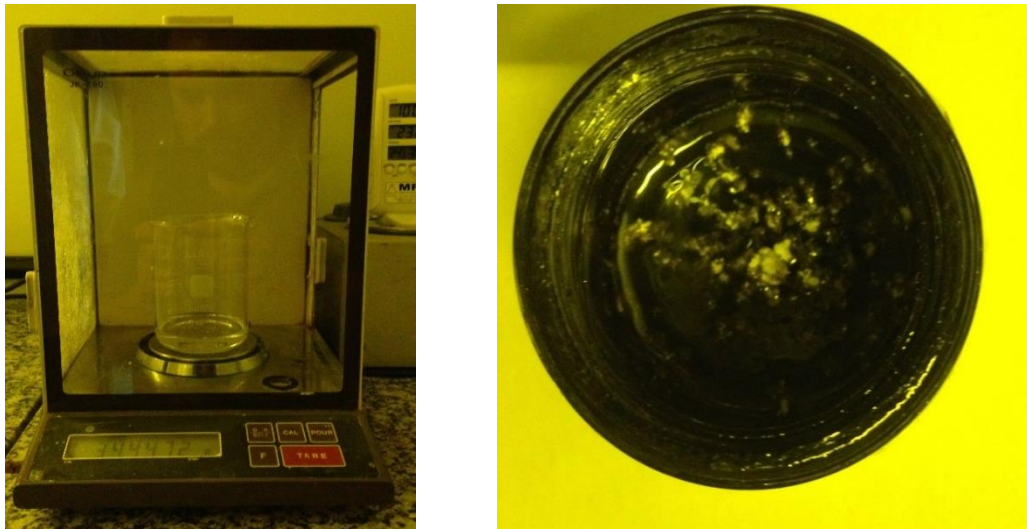


Figura 4- A. Quantidade de Bis-GMA e TEG-DMA pesadas em balança de precisão para manipulação do compósito experimental, sob luz amarela para não iniciar a polimerização; B. Frasco de vidro ambar, para proteção da luz, contendo Bis-GMA, TEG-DMA, canforoquinona, DMAEMA e BHT já proporcionados para manipulação do compósito.

A partir do composto base, diferentes misturas de compósitos foram obtidas com o acréscimo das nanopartículas de prata nas concentrações: 0 (controle); 0,06; 0,125; 0,25; 0,5; 1,0 e 2,0% em massa, definindo assim sete compósitos resinosos experimentais (Figura 5). Os componentes foram pesados em balança analítica digital com precisão de 0,01mg. A incorporação do sistema fotoiniciador foi realizada em ambiente com luz amarela depois da pesagem dos monômeros.

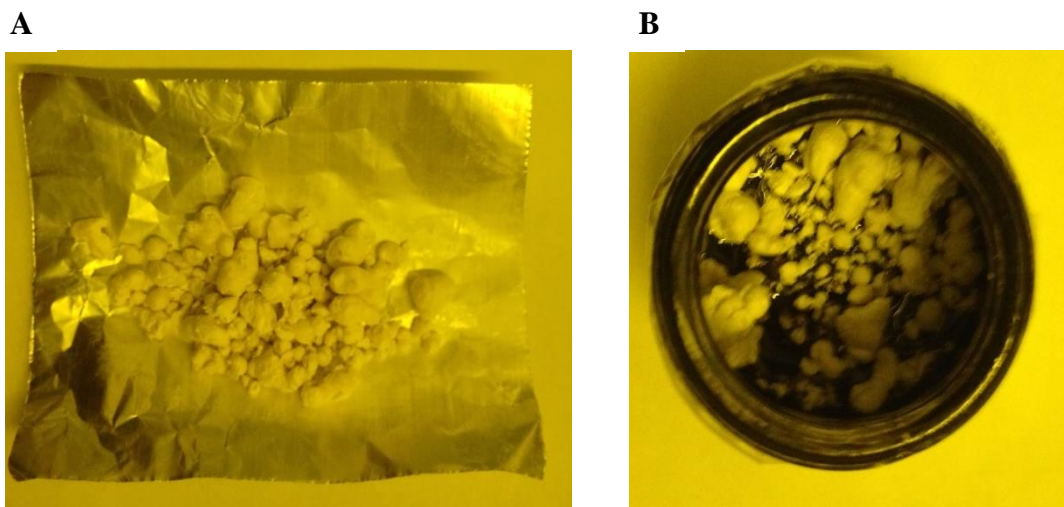


Figura 5- A. Nanopartículas de prata pesadas. B. Nanopartículas de prata incorporadas no compósito.

Os compósitos assim formulados foram acondicionados em frascos de vidro âmbar e homogeneizados utilizando um dispositivo adaptado numa peça reta, funcionando em baixa-rotação. Em seguida, foram colocados em uma cuba acoplada a uma bomba para vácuo (Quimis Aparelhos Científicos Ltda., Diadema, SP) por 20 minutos, para eliminação de bolhas de ar. Posteriormente, os frascos foram agitados em cuba ultrassônica (Biofree 02L Gnatus, Ribeirão Preto, SP, Brasil) por 30 minutos, a fim de homogeneizar a mistura dos componentes e então armazenados em ambiente livre de luz e sob refrigeração a 4°C (Figura 6).

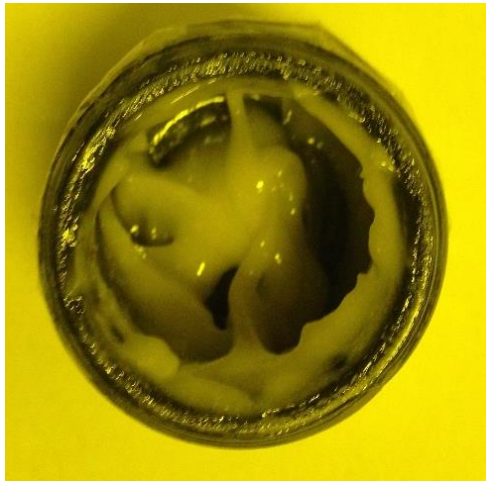


Figura 6- Compósito experimental contendo nanopartículas de prata.

4.3 Determinação da resistência à tração diametral dos compósitos experimentais

Espécimes cilíndricos (n=10), com 4 mm de diâmetro e 2 mm de altura, foram preparados por inserção dos compósitos em uma matriz de silicone. Uma tira transparente de poliéster (3M/ESPE, St. Paul, MN, EUA) foi posicionada sobre a superfície do topo, sendo a fotoativação realizada, em cada face, com 1200 mW/cm² durante 60s, utilizando o aparelho LED Radium-Cal (SDI, Bayswater, Victoria, Austrália) (Figura 7). Em seguida, os corpos-de-prova foram removidos da matriz e o acabamento realizado manualmente, com lixas de carbeto de silício granulação 1200 (Norton S/A, São Paulo, SP), sob refrigeração a água.

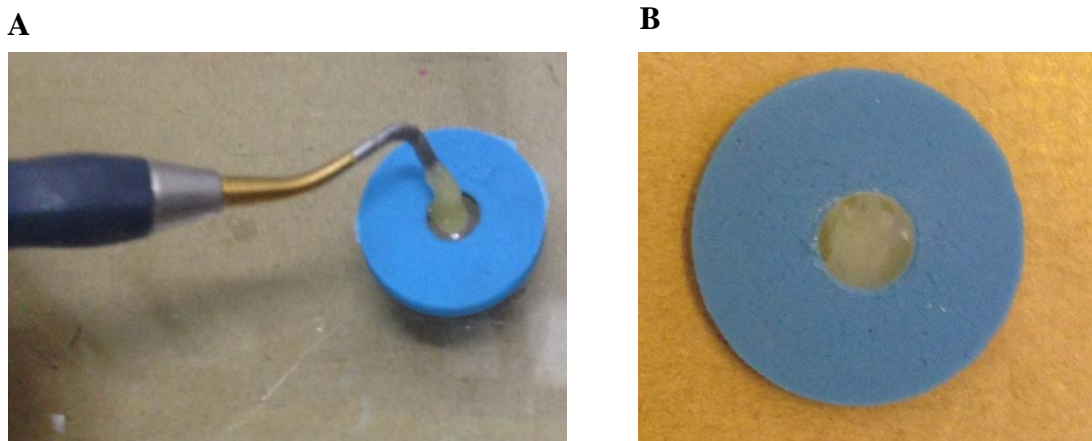


Figura 7- A. Confeção dos espécimes do compósito experimental contendo nanopartículas de prata sob placa de vidro utilizando matriz de silicone. B. Corpo de prova polimerizado.

Os corpos de prova foram analisados em lupa estereoscópica para avaliação e eliminação na eventualidade de existirem trincas em sua superfície. Após tal análise os mesmos foram armazenados em água destilada, em estufa a 37°C, por 24h. Decorrido este período, as dimensões de cada corpo de prova foram conferidas com paquímetro digital (Mitutoyo, Tóquio, Japão), com precisão de 0,01 mm. O teste de resistência à tração diametral foi realizado em máquina de ensaios mecânicos (modelo AGS-X, Shimadzu Corporation, Nakagyo-ku, Kyoto, Japão), com velocidade de 0,5mm/min (Figura 8).

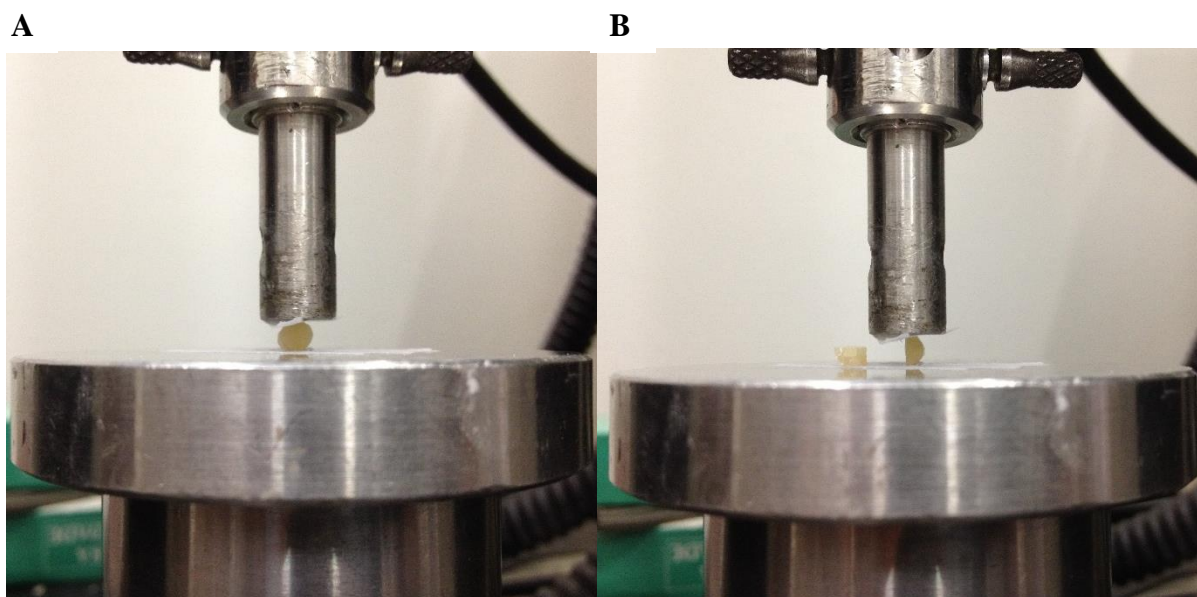


Figura 8 – Teste da resistência à tração diametral. A. Início da aplicação da força. B. Momento da fratura do corpo de prova

A resistência à tração diametral (R) foi calculada pela fórmula: $R = 2L/\pi Dh$

Onde:

L: carga máxima (N) necessária para fratura do espécime;

D: diâmetro do corpo-de-prova (mm);

h: espessura do corpo-de-prova (mm).

4.4 Análise estatística

Os dados obtidos foram analisados quanto a normalidade dos dados pelo teste de Kolmogorov–Smirnov. Em seguida, os dados foram submetidos aos testes One-Way ANOVA e Tukey para comparação dos valores de tração diametral entre os grupos. O nível de significância foi 0,05.

5 RESULTADOS

Os resultados de média e desvio-padrão do teste de resistência à tração diametral estão apresentados na Tabela 2.

Tabela 2 – Valores de resistência à tração diametral (MPa) dos compósitos experimentais incorporados com diferentes concentrações de nanopartículas de prata*.

Grupos com diferentes concentrações de AgNP incorporadas ao compósito	Resistência a compressão por tração diametral (Média ± desvio padrão)
Controle	30.2 ± 3.1 ^C
0,06%	33.6 ± 2.7 ^{B, C}
0,125%	38.7 ± 2.4 ^A
0,25%	33.7 ± 4.8 ^{B, C}
0,5%	39.9 ± 2.8 ^A
1,0%	37.8 ± 2.1 ^A
2,0%	30.4 ± 1.8 ^C

*Valores representados por letras iguais não diferem estatisticamente na comparação entre os grupos experimentais pelos testes de ANOVA One-Way e Tukey ($p > 0.05$).

Os maiores valores de resistência à tração diametral foram obtidos nas concentrações de AgNPs de 0,125%, 0,5% e 1,0%, não existindo diferença estatisticamente significativa entre estes grupos ($p > 0,05$).

Os grupos com concentração de 0,06% e 0,25% possuíram valores de resistência à tração diametral intermediários e os menores valores foram os dos grupos controle e 2,0% de AgNPs, não existindo diferença estatisticamente significativa entre eles ($p > 0,05$).

6 DISCUSSÃO

Um dos problemas enfrentados pela odontologia restauradora atual é a necessidade de troca de restaurações devido a ocorrência de cárie secundária (CARVALHO et al., 2012). As nanopartículas de prata têm mostrado excelente efeito antibacteriano (KASSAEE et al., 2008; KUMAR et al., 2005; SHE, 2004) o que poderia contribuir de forma significativa na longevidade das restaurações em resina composta.

A capacidade dos materiais restauradores de resistirem às forças mastigatórias é um importante requisito para o seu desempenho clínico (FÚCIO et al., 2008), sendo de grande importância determinar se a incorporação de nanopartículas de prata pode afetar as propriedades mecânicas do compósito restaurador. Além disso, esta avaliação é necessária para que o compósito com nanopartículas possa ser empregado tanto em dentes anteriores, devido as características favoráveis de lisura superficial e de polimento, como também em dentes posteriores pela capacidade de resistir a grandes esforços mastigatórios (MOTA et al., 2006). Assim, esse estudo buscou avaliar o efeito da incorporação de nanopartículas de prata com diferentes concentrações na resistência à tração diametral do compósito restaurador experimental. O principal objetivo foi investigar a menor concentração de AgNPs incorporada ao compósito que não interferisse negativamente nas suas propriedades mecânicas, mas que possuísse atividade antimicrobiana. A atividade antimicrobiana não foi testada neste estudo, mas esta análise está sendo conduzida em outra investigação.

O teste de resistência à tração diametral, ou compressão por tração diametral, é um método indireto utilizado para avaliar o comportamento mecânico de materiais que apresentem predominantemente deformação elástica e pouca ou nenhuma deformação plástica (ANUSAVICE, 2005). Apenas um estudo sobre a influência da incorporação de nanopartículas de prata na resistência à tração diametral de compósito restaurador foi encontrado na literatura (SOKOLOWSKI et al., 2014).

O estudo de Sokolowski et al. (2014) avaliou a resistência à tração diametral da adição de nanopartículas de prata, ouro e sílica em resina composta experimental. Não foi observada diminuição das propriedades mecânicas do compósito, sugerindo que esta adição pode ser aplicada em condições clínicas. O grupo controle apresentou resistência à tração diametral de 34,01 MPa, enquanto os

grupos experimentais apresentaram, respectivamente: 37,11 MPa, 27,42 MPa, 24,17 MPa e 25,74 MPa, não havendo diferenças estatisticamente significantes entre eles. Além disso, a microdureza também foi avaliada, sendo observado o seu aumento em todos os compósitos com adição de nanopartículas em comparação com o grupo controle.

No presente trabalho, o efeito da incorporação de AgNPs ao compósito também mostrou-se satisfatória, quando somente uma propriedade mecânica foi investigada, como no estudo de Sokolowski et al. (2014). Isto se deve ao fato, como pode ser observado na Tabela 2, que a medida que as AgNPs foram adicionadas existiu um aumento nos valores de resistência à tração diametral, até o momento que esses valores diminuíram na concentração maior (2,0%), chegando a não ter diferença estatística comparado ao grupo controle, o qual não apresentava nanopartícula de prata em sua composição. Além disso, os valores de resistência à tração diametral dos compósitos experimentais incorporados com AgNPs estão de acordo com os valores dos compósitos a base de Bis-GMA comercializados, em torno de 30 a 45 MPa (MOTA et al., 2006; BONA et al., 2008).

Entretanto, outras propriedades físicas e mecânicas foram investigadas com compósitos incorporados com AgNPs, mostrando algumas limitações desta incorporação. No estudo de Dunner et al. (2011) observou-se que a adição de nanopartículas de prata nas concentrações de 0,0125, 0,025, 0,05, 0,1 e 0,3%, em peso, pode influenciar o processo de polimerização do compósito restaurador e levar a uma lixiviação de algumas de suas substâncias (canforoquinona, BisEMA e TEGDMA), o que reduziria a biocompatibilidade do material. A molhabilidade de compósitos restauradores à base de metacrilato e de silorano com adição de nanopartículas de prata foi avaliada no estudo de Kasraei e Azarsina (2012). Observou-se que a molhabilidade foi significativamente diferente entre os compostos, e que a adição de AgNPs na concentração de 0,5% causou uma redução significativa no ângulo de contato dos grupos experimentais em relação ao controle. Esta redução influenciaria nas propriedades do material por causar maior molhabilidade do compósito e provavelmente maior probabilidade de sorção de água.

O tipo de monômero do compósito e a concentração de nanopartículas de prata incorporada influenciam nas propriedades do material (AHN et al., 2009;

SODAGAR et al., 2012). De acordo com Bürgues et al. (2009), a incorporação de AgNPs em compósitos com concentrações acima de 10% diminui significativamente a resistência a compressão, a tração e o módulo de elasticidade.

No presente estudo, as concentrações de 0,125%, 0,5% e 1,0% mostraram os maiores valores de resistência à tração diametral, sem diferença estatística entre eles. Estes resultados sugerem que entre as concentrações de AgNP investigadas, a concentração de 0,125% seria a mais indicada para a manipulação do compósito, pois está entre os maiores valores de resistência a tração diametral com a menor concentração de nanopartículas de prata. Porém, outros estudos são necessários com outros ensaios mecânicos e com a avaliação antimicrobiana para estabelecer a concentração adequada.

Também é importante ressaltar que a adição de nanopartículas de prata em compósitos restauradores pode acarretar uma mudança de coloração, como visto no estudo de Sokolowski et al. (2014), onde a cor de compósitos modificados por nanopartículas de prata transformou-se de amarelo claro para marrom escuro, porém não foi observada diferença de cor entre adição de 2000 ppm e 5000 ppm de AgNPs. Logo, seria interessante complementar o estudo indicando uma concentração que também favoreça as características estéticas, além das propriedades antibacterianas e mecânicas.

Embora este estudo tenha sido preliminar para avaliar a incorporação de AgNPs em compósito experimental avaliando uma propriedade mecânica, os resultados mostraram que a incorporação de AgNPs não ocasionou efeito deletério sobre a resistência à tração diametral, sendo as concentrações de 0,125%, 0,5% e 1,0% as mais indicadas para esta incorporação.

7 CONCLUSÕES

Dentro dos limites do presente estudo, pode-se concluir que:

- A incorporação de nanopartículas de prata ao compósito restaurador experimental não alterou a resistência à tração diametral, quando comparado ao grupo controle;
- Os grupos de concentrações 0,125%, 0,5% e 1,0% apresentaram os maiores valores de resistência à tração diametral, sugerindo que a concentração de 0,125% possa ser indicada para manipulação do compósito devido apresentar menor concentração e participar do grupo com maiores valores de resistência à tração diametral.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AHN, S. J.; LEE, S. J.; KOOK, J. K.; LIM, B. S. Experimental antimicrobial orthodontic adhesives using nanofillers and silver nanoparticles. *Dent. Mater.*, v. 25, n. 2, p. 206–213, 2009.

ANUSAVICE, K. J. Phillips, *Materiais Dentários*. Editora Elsevier, 11ª edição, Rio de Janeiro, 2005.

BADRA, V. V.; FARAONI, J. J.; RAMOS, R. P.; PALMA-DIBB, R. G. Influence of different beverages on the microhardness and surface roughness of resin composites. *Oper Dent*, v. 30, n. 2, p. 213-9, 2005.

BARATIERI, L. N.; ANDRADA, M. A. C; MONTEIRO, S. J.; CARDOSO, A. C.; POLIDORO, J. S.; ANDRADA, R. C. et al. *Dentística: procedimentos preventivos e restauradores*. 2. ed. São Paulo: Santos; p. 201-55, 2002.

BOLLEN, C. M.; LAMBRECHTS, P.; QUIRYNEN, M. Comparison of surface roughness of oral hard materials to the threshold surface roughness for bacterial plaque retention: a review of the literature. *Dent Mater*, v. 13, p. 258-269, 1997.

BONA, A. D.; PAULA BENETTI, P.; BORBA, M.; CECCHETTI, D. Flexural and diametral tensile strength of composite resin. *Braz Oral Res.*, v. 22, n. 1, p. 84-9, 2008.

BRISO, A. L.; CARUZO, L. P.; GUEDES, A. P.; CATELAN, A.; SANTOS, P. H. In vitro evaluation of surface roughness and microhardness of restorative materials submitted to erosive challenges. *Oper Dent*, v. 36, n. 4, p. 397-402, 2011.

BÜRGERS, R. et al. The anti-adherence activity and bactericidal effect of microparticulate silver additives in composite resin materials. *Arch Oral Biol.*, v. 54, p. 595-601, 2009.

CARVALHO, R. M.; MANSO, A. P.; GERALDELI, S.; TAY, F. R.; PASHLEY, D. H. Durability of bonds and clinical success of adhesive restorations. *Dent Mater.*, v. 28, n. 1, p. 72-86, 2012.

CHAIN, M. C.; BARATIERI, L. N. *Restaurações estéticas com resina composta em dentes posteriores*. São Paulo: Artes Médicas, 1998.

CHENG, L.; WEIR, M. D.; XU, H. H.; ANTONUCCI, J. M.; KRAIGSLY, A. M.; LIN, N. J.; LIN-GIBSON, S.; ZHOU, X. Antibacterial amorphous calcium phosphate nanocomposites with a quaternary ammonium dimethacrylate and silver nanoparticles. *Dent Mater*, v. 28, n. 5, p. 561-72, 2012.

CHENG, L. et al. Anti-biofilm Dentin Primer with Quaternary Ammonium and silver nanoparticles. *J Dent Res.*, v. 91, n. 6, 2012.

CHENG, L. et al. Effect of amorphous calcium phosphate and silver nanocomposites on dental plaque microcosm biofilms. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*, v. 100, n. 5, p. 1378-86, 2012.

CURY, J. A.; VÁSQUEZ-CCAHUANA, R. A. S. Mutans biofilm model to evaluate antimicrobial substances and enamel demineralization. *Braz Oral Res*, v. 24, n. 2, p. 135-41, 2010.

DELIGEORGI, V.; MJOR, I. A.; WILSON, N. H. An overview of reasons for the placement and replacement of restorations. *Prim Dent Care*, v. 8, n. 1, p. 5-11, 2001.

DURNER, J.; STOJANOVIC, M.; URCAN, E.; HICKEL, R.; FRANX-XAVER, R. Influence of silver nano-particles on monomer elution from light-cured composites. *Dental Materials*, v. 27, p. 631-636, 2011.

FAN, C.; CHU, L.; RAWLS, H. R.; NORLING, B. N.; CARDENAS, H. L.; WHANG, K. Development of an antimicrobial resin - A pilot study. *Dental Materials*, v. 27, p. 322-328, 2011.

FLÓRIO, F. M.; KLEIN, M. I.; PEREIRA, A. C.; GONCALVES, B. R. Time of initial acquisition of mutans streptococci by human infants. *J Clin Pediatr Dent*, v. 28, n. 4, p. 303-8, 2004.

FINER, Y.; SANTERRE, J. P. The influence of resin chemistry on a dental composite's biodegradation. *J Biomed Mater Res A*, v. 69, n. 2, p. 233-46, 2004.

FÚCIO, S. B.; CARVALHO, F. G.; SOBRINHO, L. C.; SINHORETI, M. A.; PUPPIN-RONTANI, R. M. The influence of 30-day-old *Streptococcus mutans* biofilm on the surface of esthetic restorative materials--an in vitro study. *J Dent*, v. 36, n. 10, p.833-9, 2008.

FÚCIO, S. B.; PUPPIN-RONTANI, R. M.; CARVALHO, F. G.; MATTOS-GRANER, R. O.; CORRER-SOBRINHO, L.; GARCIA-GODOY, F. Analyses of biofilms accumulated on dental restorative materials. *Am J Dent*, v. 22, n. 3, p. 131-6, 2009.

GARCIA, M. V. D. Síntese, caracterização e estabilização de nanopartículas de prata para aplicações bactericidas em têxteis. Campinas, SP: [s.n.], 2011. Dissertação de Mestrado - Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia Química.

GEBARA, E. C. E.; ZARDETTO, C. G. D. C.; MAYER, M. P. Estudo in vitro da ação antimicrobiana de substâncias naturais sobre *S.mutans* e *S.sobrinus*. *Revista de Odontologia Universidade de São Paulo*, v. 10, n. 4, p. 251-256, 1996.

HAMADA, S.; SLADE, H. D. Biology, immunology, and cariogenicity of *Streptococcus mutans*. *Microbiol Ver*, v. 44, n. 2, p.331-84, 1980.

HANNIG, M.; JOINER, A. The structure, function and properties of the acquired pellicle. **Monogr Oral Sci**, v.19, p. 29-64, 2006.

JUNG, W. K.; KOO, H. C.; KIM, K. W.; SHIN, S.; KIM, S. H.; PARK, Y. H. Antibacterial activity and mechanism of action of the silver ion in Staphylococcus aureus and Escherichia coli. **Appl Environ Microbiol**, v. 74, n. 7, p. 2171-8, 2008.

KASRAEI, S.; AZARSINA, M. Addition of silver nanoparticles reduces the wettability of methacrylate and silorane-based composites. **Braz Oral Res.**, v. 26, n. 6, p. 505-10, 2012.

KASRAEI, S.; SAMI, L.; HENDI, S.; ALIKHANI, M. Y.; REZAEI-SOUFI, L.; KHAMVERDI, Z. Antibacterial properties of composite resins incorporating silver and zinc oxide nanoparticles on Streptococcus mutans and Lactobacillus. **Restor Dent Endod.**, v. 39, n. 2, p. 109-14, 2014.

KASSAEE, M. Z.; AKHAVAN, A.; SHEIKH, N.; SODAGAR, A. Antibacterial effects of a new dental acrylic resin containing silver nanoparticles. **J Appl Polym Sci**, v. 110, p. 1699-703, 2008.

KAWASHITA, M.; TSUNEYAMA, S.; MIYAJI, F.; KOKUBO, T.; KOZUKA, H.; YAMAMOTO, K. Antibacterial silver-containing silica glass prepared by solgel method. **Biomaterials**, v. 21, n. 4, p.393-8, 2000.

KHANNA, P. K.; GAIKWAD, S.; ADHYAPAK, P. V.; SINGH, N.; MARIMUTHU, R. Synthesis and characterization of copper nanoparticles. **Materials Letters**, v. 61, p. 4711-4714, 2007.

KIDD, E. A.; TOFFENETTI, F.; MJÖR, I. A. Secondary caries. **Int Dent J**, v. 42, n. 3, p. 127-138, 1992.

KUMAR, R.; HOWDLE, S.; MUNSTEDT, H. Polyamide/silver antimicrobials: effect of filler types on the silver ion release. **J Biomed Mater Res B Appl Biomater**, v. 75, n. 2, p.311-9, 2005.

KUMAR, A.; VEMULA, P. K., AJAYAN, P. M.; JOHN, G. Silver nanoparticle embedded antimicrobial paints based on vegetable oil. **Nat Mater**, v. 7, p. 236–41, 2008.

LANSDOWN, A. B. Silver in health care: antimicrobial effects and safety in use. **Curr Probl Dermatol**, v. 33, p. 17-34, 2006.

LANSDOWN, A. B; SILVER, I. Its antibacterial properties and mechanism of action. **J Wound Care**, v. 11, p. 125-30, 2002.

LEE, H. Y. et al. A practical procedure for producing silver nanocoated fabric and its antibacterial evaluation for biomedical applications. **Chem Commun (Camb)**, v.28, p. 2959-2961, 2007.

LEITES, A. B. C. R.; PINTO, M. B.; SOUSA, E. R. Aspectos Microbiológicos da Cárie Dental. **Salusvita**, Bauru, v. 25, n. 2, p. 239- 252, 2006.

MARCH, P.; MARTIN, M. V. Microbiologia Oral. Editora Santos, 4ª edição, 2005.

MIRMOHAMMADI, H.; KLEVERLAAN, C. J.; ABOUSHELIB. M. N.; FEILZER, A. J. Influence of salivary enzymes and alkaline pH environment on fatigue behavior of resin composites. **Am J Dent**, v. 24, n. 1, p. 31-6, 2011.

MITRA, S. B.; WU, D.; HOLMES, B. An application of nanotechnology in advanced dental materials. **J Am Dent Assoc**, v. 134, n. 10, p. 1382-90, 2003.

MJOR, I. A.; TOFFENETTI, F. Secondary caries: a literature review with case reports. **Quintessence Int**, v. 31, p. 165–79, 2000.

MORAES, R. R.; MARIMON, J. L.; SCHNEIDER, L. F.; SINHORETI, M. A.; CORRER-SOBRINHO, L.; BUENO, M. Effects of 6 months of aging in water on hardness and surface roughness of two microhybrid dental composites. **J Prosthodont**, v. 17, n. 4, p.323-6, 2008.

MORAES, R. R.; GONCALVES, L. D. E. S.; LANCELLOTTI, A. C.; CONSANI, S.; CORRER-SOBRINHO, L.; SINHORETI, M. A. Nanohybrid resin composites: nanofiller loaded materials or traditional microhybrid resins? **Oper Dent**, v. 34, n. 5, p.551-7, 2009.

MORONES, J. R.; ELECHIGUERRA, J. L.; CAMACHO, A.; HOLT, K.; KOURI, J. B.; RAMIREZ, J. T., et al. The bactericidal effect of silver nanoparticles. **Nanotechnology**, v. 16, p. 2346–53, 2005.

MOTA, E. G. et al. Evaluation of diametral tensile strength and knoop microhardness of five nanofilled composites in dentin and enamel shades. **Stomatologija, Baltic Dental and Maxillofacial Journal**, v. 8, p. 67-9, 2006.

NARVAI, P. C. Cárie dentária e flúor: uma relação do século XX. **Ciência & Saúde Coletiva**, v. 5, n. 2, p. 381-392, 2000.

NOORT, R. V. Introdução aos Materiais Dentários. Editora Artmed, 2ª edição, Porto Alegre, 2004.

OLIVEIRA, P. H. C; OLIVEIRA, J. A. P; CASSONI, A.; RODRIGUES, J. A. Performance clínica de restaurações em dentes posteriores com resinas de nanoparticulas/nanohíbridas – avaliação de 6 meses. **Revista Saúde**, v. 5, n.4, 2011.

PETICA, A.; GAVRILIU, S.; LUNGU, M.; BURUN-TEA, N.; PANZARU, C. Colloidal silver solutions with antimicrobial properties. **Materials Science and Engineering B**, v. 152, p. 22-27, 2008.

PILLAI, Z. S.; KAMAT, P. V. What Factors Control the Size and Shape of Silver Nanoparticles in the Citrate Ion Reduction Method? **Journal of Physical Chemistry**, v. 108, p. 945-951, 2004.

POWERS, J. M.; CRAIG, R. G. *Materiais Dentários Restauradores*. Editora Santos. 11º edição, p. 232-236, 2004.

REIS, A.; LOGUERCIO, A. D. *Materiais Dentários Restauradores Diretos: dos Fundamentos à Aplicação Clínica*. São Paulo: Editora Santos, 2007.

RUEGGEBERG, F. A. From vulcanite to vinyl, a history of resins in restorative dentistry. **J Prosthet Dent**, v. 87, n. 4, p. 364-79, 2002.

SANTOS, I. P.; MARZAN, L. M. L. Colloidal silver nanoplates. State of the art and future challenges. **J. Mater. Chem**, v.18, p. 1724–1737, 2008.

SHE, W. J. Basic study of denture base resin with nano-silver antibacterial agente. **Dent Mater J**, v. 27, p. 176-80, 2004.

SOARES, L. E.; CORTEZ, L. R.; ZARUR R. O.; MARTIN A. A. Scanning electron microscopy and roughness study of dental composite degradation. **Microsc Microanal**, v. 18, n. 2, p. 289-94, 2012.

SODAGAR, A. et al. Effect of silver nano particles on flexural strength of acrylic resins. **Journal of Prosthodontic Research**, v. 56, p. 120-124, 2012.

SOKOLOWSKI, J. et al. Evaluation of resin composites modified with nanogold and nanosilver. **Acta of Bioengineering and Biomechanics**, v. 16, n. 1, 2014.

SONDI, I.; GOIA, D. V.; MATIJEVIC, E. Preparation of highly concentrated stable dispersions of uniform silver nanoparticles. **J Colloid Interface Sci**, v. 260, p. 75–81, 2003.

THYLSTRUP, A.; FEJERSKOV, O. *Cariologia Clínica*. 2. ed. São Paulo: Santos, 1994.

TOLOSA, M. C. C. G. et al. Influence of composite restorative materials and light curing units on diametrical tensile strength. **Braz Oral Res.**, v. 19, n. 2, p. 123-6, 2005.

TURKEVICH, J.; STEVENSON, P. C.; HILLIER, J. **A study of the nucleation and growth processes in the synthesis of colloidal gold**. Inglaterra: Faraday Discussions London, v. 11, p. 55, 1951.

TURSSI, C. P; HARA, A. T.; SERRA, M. C. et al. Effect of storage media upon the surface micromorphology of resin-based restorative materials. **J Oral Rehabil**, v. 29, p. 864-871, 2002.

WILLERSHAUSEN, B.; CALLAWAY, A.; ERNST, C. P.; STENDER, E. The influence of oral bacteria on the surfaces of resin-based dental restorative materials

- an in vitro study. **Int Dent J**, v. 49, n. 4, p. 231-9, 1999.

YAP, A. U.; LIM, L. Y.; YANG, T. Y.; ALI, A.; CHUNG, S. M. Influence of dietary solvents on strength of nanofill and ormocer composites. **Oper Dent**, v. 30, n. 1, p. 129-33, 2005.

YIN, H.; YAMAMOTO, T.; WADA, Y.; YANAGIDA, S. Large-scale and size-controlled synthesis of silver nanoparticles under microwave irradiation. **Materials Chemistry and Physics**, v. 83, p. 66-70, 2004.

YOSHIDA, K.; TANAGAWA, M.; MATSUMOTO, S.; YAMADA, T.; ATSUTA, M. Antibacterial activity of resin composites with silver-containing materials. **Eur J Oral Sci.**, v. 107, n. 4, p. 290-6, 1999.