

INFLUÊNCIA DA ALTERAÇÃO DO pH E DA DEGRADAÇÃO ENZIMÁTICA NA RUGOSIDADE DAS SUPERFÍCIES DE RESINAS COMPOSTAS

INFLUENCE OF CHANGE IN pH AND DETERIORATION IN ENZYMATIC ROUGHNESS OF COMPOSITE RESINS SURFACES

LÍVIA SALGADO

Mestre em Clínica Odontológica pela FO-UFJF, Juiz de Fora, Minas Gerais, Brasil

HENRIQUE DUQUE DE MIRANDA CHAVES NETTO

Doutor em Clínica Odontológica, área de concentração Cirurgia Buco-maxilofacial pela FOP / UNICAMP, Professora Adjunto do Departamento de Clínica Odontológica (CLO) da FO-UFJF, Juiz de Fora, Minas Gerais, Brasil

IVONE DE OLIVEIRA SALGADO

Cirurgiã-Dentista, Doutora em Dentística-Materiais Dentários pela FOB-USP, Professora Titular do Departamento de Odontologia Restauradora (ORE) da FO-UFJF, Juiz de Fora, Minas Gerais, Brasil

RENATO CILLI

Doutor em Dentística-Materiais Dentários pela FOB-USP, Professora Adjunto do Departamento de Odontologia Restauradora (ORE) da FO-UFJF, Juiz de Fora, Minas Gerais, Brasil

CRISTIANE SALGADO DE SOUZA

Doutora em Dentística-Materiais Dentários pela FOB-USP, Professora Associada do Departamento de Odontotécnica e Vice-Coordenadora de Curso da FO-UFF, Niterói, Rio de Janeiro, Brasil

MARCO ANTONIO GALLITO

Doutor em Dentística pela FO-UERJ, Professor Adjunto do Departamento de Odontoclínica da FO-UFF, Niterói, Rio de Janeiro, Brasil

O trabalho foi realizado na Faculdade de Odontologia da UFJF

CONTATO PARA PUBLICAÇÃO:

Endereço: Rua Antônio Visconti, 155, 202; Bairro: Palhas, Cidade: Paraíba do Sul, Estado: RJ, País: Brasil, CEP: 25850-000, Tel.: (24) 98139-1722, Email: li_salgado@yahoo.com.br

RESUMO

Foi avaliada a rugosidade superficial de resinas compostas, antes e após a sua imersão em solução aquosa com diferentes pHs e solução enzimática. Foram confeccionados 60 corpos de prova, 30 para cada material, com auxílio de uma matriz de acrílico com 5mm de diâmetro e 2mm de espessura, as quais foram preenchidas com as resinas compostas Filtek Z350 e Empress Direct, em único incremento e realizada a fotopolimerização por 40 segundos. Os corpos de prova foram divididos em 06 grupos (n=10) de acordo com a solução empregada: água deionizada (Grupos ZA e EA); hidróxido de sódio com pH 13.2 (Grupos ZNa e ENa) e solução enzimática de colesterol esterase (Grupos ZE e EE). Para dar acabamento utilizou-se uma sequência decrescente de granulação de lixas d'água: 600, 1000, 1200, 1500 e 2000 e para o polimento, suspensões de alumina: 1 μ m, 0,3 μ m e 0,05 μ m. Após o polimento foram armazenados em estufa a 37°C durante 7 dias, para então realizar 3 medições de cada superfície no rugosímetro. Os corpos de prova foram imersos separadamente nas soluções por 30 dias e mantidos em estufa a 37°C, a cada 7 dias as soluções eram trocadas. Após 30 dias foram realizadas mais 3 medições da rugosidade das superfícies. Os resultados foram tabulados e submetidos a análise estatística com os testes ANOVA e Tukey. Pode-se concluir que: As resinas compostas testadas apresentaram degradação hidrolítica na solução aquosa após um período de imersão de 30 dias, fato que não foi observado nas soluções de NaOH e Esterase.

Palavras-chave: Materiais Dentários. Concentração de Íons de Hidrogênio. Bis-Fenol A-Glicidil Metacrilato.

ABSTRACT

The surface roughness of resin before and after their immersion in aqueous solutions with different pH and the enzyme solution was evaluated. They were made 60 specimens, 30 for each material with the aid of an acrylic matrix with 5mm diameter and 2mm thick, which were filled with composite resin Filtek Z350 and Empress Direct in single increment and held light curing by 40 seconds. The specimens were divided in 06 groups (n = 10) according to the used solution: deionized water (ZA Groups and EA); sodium hydroxide to pH 13.2 (ZNA Groups ENA) and enzyme solution of

cholesterol esterase (ZE and EE groups). To give finishing used a descending sequence of sanding granulation water: 600, 1000, 1200, 1500 and 2000 and for polishing, alumina suspensions: 1 μ m, 0,3 μ m and 0,05 μ m. After polishing were stored in an oven at 37 ° C for 7 days, and then perform three measurements on each surface roughness. The specimens were immersed separately solutions for 30 days and kept in oven at 37°C every 7 days, the solutions were changed. After 30 days there were over 3 measurements of surface roughness. The results were tabulated and statistically analyzed with ANOVA and Tukey tests. It can be concluded that: The composites tested showed hydrolytic degradation in aqueous solution after a period of 30 days immersion, a fact that was not observed in NaOH and Esterase solutions.

Keywords: Dental Materials. Hydrogen-Ion Concentration. Bisphenol A-Glycidyl Methacrylate.

INTRODUÇÃO

Segundo Cilli, Pereira, Prakki (2012) as resinas compostas foram projetadas para resistir a ambientes bucais neutros e ácidos a um nível aceitável.

A alteração da lisura de superfície de resinas compostas pode ser justificada: pela ação erosiva e deletéria de bebidas com pH ácido (Finer, Santerre, 2006; Prakki et al., 2005); pelo pH alcalino e ácido que podem provocar a hidrólise das resinas compostas e produzir danos micro estruturais (Prakki et al., 2005), que associada ao tempo de imersão progressivo em soluções ácidas ou alcalinas aumentam essa alteração (Souza et al., 2005). E ainda de sua composição e do processo de polimento a que são submetidas, proporcionando uma característica importante para este material que é a lisura de superfície (Barakah, Taher, 2014).

O processo de degradação química bio-relacionada é um fator que contribui para a degradação in vivo de resinas compostas; os efeitos das enzimas devem ser considerados a partir de duas perspectivas relevantes: mecânica e biológica (Santerre, Shajii, Leung, 2001), sendo assim, para o uso clínico destes materiais, devem ser considerados o potencial diferenciados perfis de degradação (Finer; Santerre, 2006).

Ainda são necessários estudos para avaliar as alterações biológicas resultantes da liberação a longo prazo da biodegradação dos produtos das resinas compostas, pois existem algumas perguntas que precisam ser investigadas tais como: Que enzimas estão envolvidas no processo *in vivo* da degradação da resina composta? Quais são os seus cofatores? Se a saliva de um indivíduo é mais suscetível do que de outro para degradar as resinas compostas? Os níveis *in vivo* dos diferentes componentes? Se na interface dente/restauração os microrganismos se instalam formando microambientes únicos (Santerre, Shajii, Leung, 2001)?

No entanto a suposição de que uma resina composta é inerte, não é mais sustentável, particularmente em microambientes isolados, uma vez que não tem efeito sobre a função bioquímica de células e bactérias (Santerre, Shajii, Leung, 2001).

As resinas compostas apresentam limitações quanto às suas propriedades físicas e mecânicas e sofrem degradação em ambientes úmidos e pela ação das enzimas bucais. Assim sendo, o objetivo desse estudo *in vitro* foi avaliar a rugosidade superficial inicial e final das resinas compostas submetidas a imersão em soluções: aquosa, alcalina e enzimática.

MATERIAIS E MÉTODOS

Esta pesquisa foi realizada nos laboratórios da Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Juiz de Fora.

As soluções utilizadas foram preparadas no laboratório de pesquisa da Faculdade de Odontologia da UFJF. Para a preparação da solução enzimática colesterol Esterase foram diluídas 473,9mg do pó pesado na balança de precisão AY220® (Shimadzu, Barra Funda, SP, Brasil) em 400mL de água destilada (medida com copo medidor). Após a diluição foram separados 4 frascos contendo 100mL da mistura para serem trocadas 4 vezes durante o experimento. As soluções foram mantidas refrigeradas à uma temperatura de -80°C, sendo que antes de serem utilizadas foram mantidas em temperatura ambiente por 2 horas. O preparo da solução de hidróxido de sódio foi realizado diluindo-se 0,1M de NaOH em 1L de água, para se obter uma solução com pH 13,2.

Os 60 corpos de prova foram confeccionados utilizando duas resinas compostas nanoparticuladas da cor A1: Filtek Z350® (3M ESPE, St. Paul, MN, EUA) e Empress Direct® (Ivoclar, Vivadent AG, Schaan, Liechtenstein). Para cada resina composta foram confeccionados 30 corpos de prova, que foram subdivididos e nomeados em três grupos de acordo com a solução de imersão: em água deionizada ZA e EA (grupos controle), em hidróxido de sódio ZNa e ENa e imersos em solução enzimática de Esterase obtida do pâncreas bovino (Sigma-Aldrich Co., St Louis, MO, EUA) ZE e EE, cada grupo foi constituído por 10 corpos de prova (n=10), totalizando 6 grupos (Figura 1).

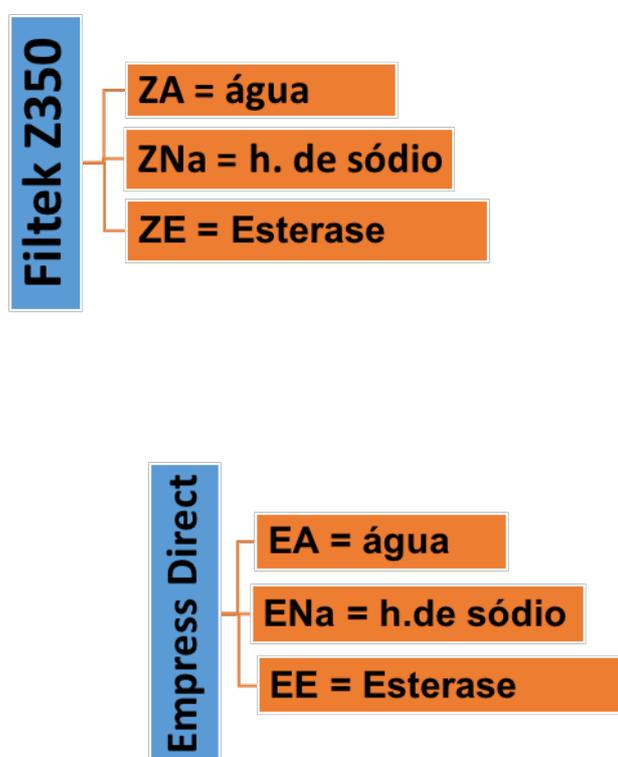


Figura 1: Nome e divisão dos grupos

Cada corpo de prova foi preparado dentro de uma matriz de acrílico, medindo 5mm de diâmetro e 2mm de espessura.

Cada matriz foi colocada em cima de uma tira de poliéster Airon[®] (Máquina Dental Products, Maringá, PR, Brasil) sobre uma placa de vidro estéril sendo preenchida com a resina composta com o auxílio de uma espátula de inserção n^o1 (marca, cidade, estado, país) em uma única porção; sobre esta resina composta foi colocada outra tira de poliéster com o objetivo de aplainar a superfície superior do corpo de prova e realizada a fotopolimerização com um aparelho fotopolimerizador com 450nm e 1000mW/cm² de diodo emissor de luz Optilight Max[®] (Gnatus Equip Médico-Odontológico Ltda, Ribeirão Preto, SP, Brasil), sendo posicionado diretamente sobre a tira de poliéster por 40segundos consecutivos.

Os corpos de prova foram polidos por um único operador com uma sequência de lixas d'água de granulações decrescentes de 600, 1000, 1200, 1500 e 2000 211[®](3M do Brasil, Sumaré, SP, Brasil). O polimento para cada lixa foi realizado por 1min. na lixadeira PLF[®] (Fortel, Casa verde, SP, Brasil) a 600rpm constantemente refrigerada com água.

A cada troca de lixa os corpos de provas foram levados ao ultrassom (Cristófoli Equip. Biossegurança Ltda, Campo Mourão, PR, Brasil) por 3minutos para remoção dos debris. Finalizada a sequência de polimento os corpos de prova foram mantidos em água deionizada por 7 dias a 37°C.

Em seguida os corpos de prova foram polidos com suspensões de polimento de alumina (Arotec, São Paulo, SP, Brasil) com uma sequência decrescente de granulação: 1µm (azul), 0,3µm (rosa) e 0,05µm (verde). Os corpos de provas foram polidos com as respectivas pastas com o auxílio de um disco de feltro em movimentos circulares durante 1 minuto para cada pasta. A cada troca de pastas os corpos de prova foram levados ao ultrassom por 3minutos.

Após o polimento com as pastas, os corpos de prova foram armazenados em estufa Nova Ética[®] (Biociclo, Belo Horizonte, MG, Brasil) a 37°C durante 7 dias. Passado esse período foram realizadas as medições da rugosidade de superfície no rugosímetro SJ301[®] (Mitutoyo, Kawasaky, Japão). O rugosímetro foi calibrado: L=4mm (comprimento da leitura), Δc=0,8mm (profundidade de corte), Δs=2,5µm e a uma velocidade de 0,5mm/s. Foram realizadas na mesma superfície 3 medições em diferentes áreas, para tanto após a realização da primeira medição o corpo de prova foi posicionado a 90° para a realização da segunda medição e para a terceira medição o

corpo de prova foi rotacionado mais 45°. Em seguida processava-se a média das três medidas e estas foram plotadas em uma tabela.

Os corpos de prova ficaram imersos nas soluções em potes separados por 30 dias em estufa a 37°C, sendo que a cada 7 dias as soluções eram trocadas.

Estes corpos de provas foram armazenados em uma estufa Nova Ética® (Biociclo, Belo Horizonte, MG, Brasil) a 37°C para a remoção de umidade, em seguida completou-se a secagem em uma máquina a vácuo. Ao término dos 37 dias, os corpos de prova passaram novamente pela medição da rugosidade superficial no rugosímetro. Foram realizadas novamente 3 medições na mesma superfície posicionando os corpos de prova para que as mesmas não fossem realizadas no mesmo local. Para tanto estes foram posicionados na mesma posição da primeira medição e deslocados 2mm. Foram realizadas as médias das medições e plotadas em uma tabela.

Os dados foram tabulados submetidos à análise estatística.

RESULTADOS

Com base na metodologia empregada através dos testes: ANOVA e o teste de Tukey, com $p \leq 0,5$, foi possível obter os seguintes resultados:

Na tabela 01 e gráfico 01 podem ser visualizadas as médias iniciais dos grupos.

Tabela 01: Médias iniciais dos 08 corpos de prova de cada grupo

Corpo de prova	Z350 ZA	Z350 ZE	Z350 ZNa	EMPRESS EA	EMPRESS EE	EMPRESS ENa
1	0,063	0,05	0,21	0,056	0,05	0,206
2	0,05	0,046	0,05	0,053	0,083	0,063
3	0,053	0,056	0,116	0,076	0,06	0,066
4	0,063	0,04	0,053	0,136	0,086	0,06
5	0,04	0,07	0,07	0,08	0,076	0,143
6	0,07	0,09	0,053	0,103	0,06	0,066
7	0,056	0,06	0,056	0,073	0,056	0,076
8	0,056	0,093	0,08	0,106	0,13	0,073
MÉDIA	0,056	0,063	0,086	0,073	0,075	0,094

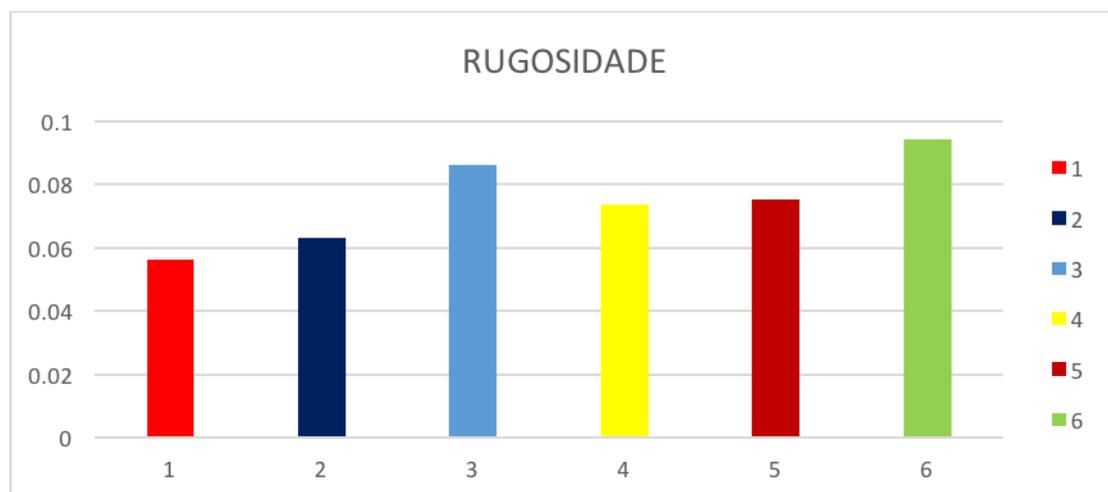


Gráfico 01: Médias iniciais de rugosidade de todos os grupos, onde se lê: 1 (Z350 ZA), 2 (Z350 ZE), 3 (Z350 ZNa), 4 (Empress EA), 5 (Empress EE), 6 (Empress ENa)

Na tabela 02 e gráfico 02 podem ser visualizadas as médias finais dos grupos.

Tabela 02: Médias finais dos 08 corpos de prova de cada grupo.

Corpo de prova	Z350 ZA	Z350 ZE	Z350 ZNa	EMPRESS EA	EMPRESS EE	EMPRESS ENa
1	0,04	0,053	0,073	0,04	0,143	0,113
2	0,066	0,056	0,086	0,42	0,196	0,066
3	0,066	0,066	0,243	0,046	0,086	0,25
4	0,08	0,056	0,203	0,246	0,066	0,083
5	0,05	0,07	0,056	0,056	0,083	0,103
6	0,063	0,153	0,056	0,233	0,08	0,153
7	0,08	0,076	0,09	0,233	0,066	0,126
8	0,05	0,073	0,066	0,096	0,093	0,093
MÉDIA	0,061	0,075	0,109	0,17	0,101	0,123

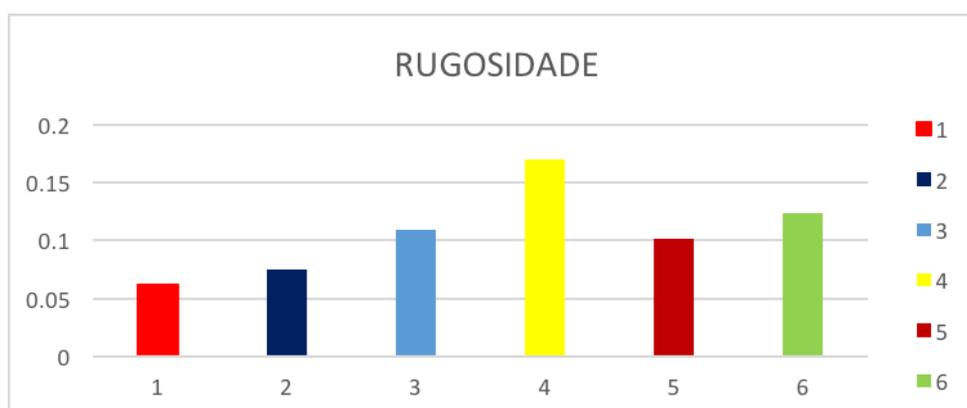


Gráfico 02: Médias finais de rugosidade de todos os grupos, onde se lê: 1 (Z350 ZA), 2 (Z350 ZE), 3 (Z350 ZNa), 4 (Empress EA), 5 (Empress EE), 6 (Empress ENa)

A ANOVA a três critérios não mostrou diferença significativa: na interação entre tempo e meio de imersão, entre o tempo e as resinas compostas e entre meio e resinas compostas testadas. E nem quando analisou a variável tempo, isoladamente.

O teste de Tukey mostrou que houve diferença estatisticamente significativa:

- Entre os valores iniciais e finais ($p=0.009$)
- Entre os materiais testados ($p=0.005$).
- Entre os valores iniciais e finais ($p=0.024$) no meio de imersão água quando analisados isoladamente.
- Para os valores finais dos materiais independente do meio de imersão ($p=0.003$).
- Para a resina composta Empress Direct ($p=0.005$), quando comparado o tempo.

O teste de Tukey mostrou que não houve diferença estatisticamente significativa:

- Entre os valores iniciais e finais nos meios de imersão NaOH ($p=0.19$) e esterase ($p=0.331$).
- Entre os materiais ($p=0.314$) quando comparada a rugosidade inicial.
- Para a resina composta Z350 ($p=0.402$), quando comparado o tempo.
- Para os materiais em seus diferentes meios ($p>0.05$).

DISCUSSÃO

Quando o objetivo é acelerar a hidrólise das resinas compostas e produzir rápidos danos micro estruturais, o uso de um pH alcalino 13 ou pH muito ácido 2 é preconizado (Prakki et al., 2005). A capacidade do NaOH para satisfazer esta conveniência e para imitar o processo de degradação *in vivo* justifica a sua utilização como um meio conveniente e eficaz para estudos de desgaste corrosivo das resinas compostas (Sarkar, 2000). O efeito causado pelo pH ácido associado com tempo de imersão progressivo altera a rugosidade de superfície das resinas compostas (Souza et al., 2005). Entretanto neste estudo não foi detectado diferença estatística significativa entre os valores iniciais e finais da rugosidade da superfície, quando comparado o tempo nos meios de imersão na solução de NaOH.

A microdureza e a rugosidade da superfície das resinas compostas submetidas a diferentes pH e a avaliação da sua degradação, mostram que, as resinas compostas parecem ser projetadas para resistir a ambientes bucais neutros e ácidos a um nível aceitável (Cilli, Pereira, Prakki, 2012), o que corrobora os achados do presente estudo que mostrou não haver diferença estatística significativa para ambos os materiais em seus diferentes meios.

Os ácidos e as enzimas bacterianas e derivados de células inflamatórias podem ser parcialmente responsáveis pela degradação bioquímica de polímeros das restaurações dentárias e as alterações na bioestabilidade foram associadas a composição química das resinas compostas (Finer, Santerre, 2004b). Segundo Lin et al. (2005) as enzimas salivares e as suas interações específicas com as resinas compostas ocorrem quando as resinas compostas são submetidas a exposição à saliva humana, esse fator é importante para permitir o desenvolvimento de formulações de resinas compostas que sejam mais resistentes a este tipo de hidrólise. O PMSF (inibidor da esterase) inibiu a degradação da resina composta, indicando um mecanismo de hidrólise do material semelhante a função das enzimas (Finer, Santerre, 2004a). Os achados desse trabalho, que não mostrou diferença estatística significativa entre os valores iniciais e finais de rugosidade no meio esterase, fato esse que provavelmente se deveu à composição dos materiais, corroborando os relatos desses autores.

Os polímeros degradáveis em água são os que têm ligações químicas hidroliticamente lábeis em sua espinha dorsal. Os grupos funcionais sensíveis à hidrólise incluem: ésteres, orto ésteres, anidridos, carbonatos, amidas, uretanos, uréias (Nair, Laurencin, 2007). Os polímeros degradáveis podem sofrer erosão superficial ou erosão em volume. A forma da corrosão da matriz do polímero depende da difusividade da água no interior da matriz, da velocidade de degradação dos grupos funcionais do polímero e das dimensões da matriz (Burkersroda, Schedl, Gopferich, 2002). As resinas compostas Z350 e a Empress Direct utilizadas neste trabalho, quando imersas em água no período de trinta dias apresentaram diferenças significantes entre os valores iniciais e finais de rugosidade de superfície, fato que não ocorreu com as demais soluções testadas. O que sugere que sejam realizados trabalhos com tempos de imersão prolongados nas soluções aquosas de NaOH e de colesterol esterase. Concordando com Santerre, Shajii, Leung (2001) que afirmaram ainda ser necessários estudos para avaliar

as alterações biológicas resultantes da libertação a longo prazo da biodegradação dos produtos das resinas compostas. E também com Lin et al. (2005) que afirmaram que estudos sobre as atividades enzimáticas distintas como: o peso molecular e a especificidade de enzimas em relação aos componentes dos monômeros das resinas compostas em trabalhos futuros poderão justificar a avaliação da (s) enzima (s) como um marcador de diagnóstico para determinar a susceptibilidade de um paciente para utilizar materiais sintéticos e estes sofrerem a biodegradação.

CONCLUSÃO

Baseados nos resultados do presente trabalho, pode-se concluir que:

As resinas compostas testadas apresentaram degradação hidrolítica na solução aquosa após um período de imersão de 30 dias, fato que não foi observado nas soluções de NaOH e Esterase.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- BARAKAH, H.M.; TAHER, N.M. Effect of polishing systems on stain susceptibility and surface roughness of nanocomposite resin material. *J Prosthetic Dent.* 2014;112(3):625-31.
- BURKERSRODA, F. V.; SCHEDL, L.; GOPFERICH, A. Why degradable polymers undergo surface erosion or bulk erosion. *Biomaterials.* 2002;23:4221-423.
- CILLI, R.; PEREIRA, J. C.; PRAKKI, A. Proprieties of dental resins submitted to pH catalysed hydrolysis. *J Dent.* 2012;40:1144-50.
- FINER, Y.; SANTERRE, J.P. Influence of silanated filler content on the biodegradation of bisGMA/TEGDMA dental composite resins. *J Biomed Mater Res.* 2006;81:75-84.
- FINER, Y.; SANTERRE, J.P. Salivary esterase activity and its association with the biodegradation of dental composites. *J Dent Res.* 2004a;83(1):22-6.
- FINER, Y.; SANTERRE, J.P. The influence of resin chemistry on a dental composite's biodegradation. *J Biomed Mater Res.* 2004b;69:233-46.

LIN, B.A. et al. Identifying enzyme activities within human saliva which are relevant to dental resin composite biodegradation. *Biomaterials*.2005;26:4259-64.

NAIR, L.S.; LAURENCIN, C.T. Biodegradable polymers as biomaterials. *Prog Polym Sci*.2007;32:762-98.

PRAKKI, A. et al. Influence of pH environment on polymer based dental material properties. *J Dent*.2005;33:91-8.

SANTERRE, J. P.; SHAJII, L.; LEUNG, B.W. Relation of dental composite formulations to their degradation and the release of hydrolyzed polymeric-resin-derived products. *Crit Rev Oral Biol Med*.2001;12(2):136-51.

SARKAR, N.K. Internal corrosion in dental composite wear: its significance and simulation. *J Biomed Mater Res*.2000;53:371-80.

SOUZA, N.C. et al. Avaliação da rugosidade superficial de uma resina composta: influência de diferentes bebidas alcoólicas e uma bebida energética. *RGO*. 2005;53(1):71-4.