



MARCELA FERNANDA KÜLL

**Efeito da incorporação de quitosana ou nanodiamante na
estabilidade de cor e rugosidade de superfície de resina
bisacrílica**

ARAÇATUBA

2017

MARCELA FERNANDA KÜLL

**Efeito da incorporação de quitosana ou nanodiamante na
estabilidade de cor e rugosidade de superfície de resina
bisacrílica**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado
à Faculdade de Odontologia de Araçatuba da
Universidade Estadual Paulista “Júlio de
Mesquita Filho” – UNESP, como parte dos
requisitos para obtenção do título de Bacharel
em Odontologia.

ORIENTADOR: Prof. Adj. Paulo Henrique dos
Santos

ARAÇATUBA

2017

Dedicatória

Aos mestres responsáveis pela minha formação acadêmica, aos meus pais, Sérgio Carlos Küll e Silvana Claudia Ferreira Küll, que com sua ajuda, apoio e confiança proporcionaram a concretização deste sonho, me guiaram e estiveram ao meu lado em todos os momentos da minha vida sempre me direcionando para os melhores caminhos com todo amor, carinho e cuidado. Sempre me apresentando Deus á frente de minha vida e de qualquer osbstáculo que viera surgir.

AGRADECIMENTOS

À **Deus** primeiramente, por me guiar em todos os momentos, por me conceder o dom e a realização de minha escolha profissional, por me conceder meu maior tesouro: minha família.

À **Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”**, na pessoa do diretor da Faculdade de Odontologia de Araçatuba Prof. **Wilson Roberto Poi** e do vice-diretor Prof. **João Eduardo Gomes Filho**.

Ao **Prof. Dr. Paulo Henrique dos Santos**, por me receber tão bem quando o procurei para o desenvolvimento do trabalho e a confiança que teve em me proporcionar a realização deste. “Um excelente educador não é um ser humano perfeito, mas alguém que tem a serenidade para se esvaziar e sensibilidade para aprender” (Augusto Cury). Obrigada pela orientação da pesquisa e aos momentos de aprendizado e companheirismo, o excelente profissional resulta da pessoa maravilhosa que você é.

Aos professores membros da Banca examinadora, **Dra. Karina Helga Turcio de Carvalho e a Dra. Thaís Yumi Umeda Suzuki**, por se disponibilizarem a compor a banca.

Ao meu pai, **Sérgio Carlos Küll**, meu herói, amigo, parceiro e companheiro de todos os momentos. Não há palavras para descrever todo meu agradecimento por tudo o que fez e faz para mim, todo o apoio, carinho e atenção. Por segurar na minha mão nos momentos difíceis e por fazer o impossível para que este sonho se tornasse realidade. Eu te amo muito meu pai.

À minha mãe, **Silvana Claudia Ferreira Küll**, minha amiga, meu reflexo e meu espelho. Só tenho a agradecer todo cuidado, amor, carinho e atenção que sempre teve comigo e com nossa família, pelas palavras motivadoras diante das dificuldades encontradas. Por ser e se fazer tão presente mesmo na ausência física, por acalmar meu coração com as ligações nos momentos em que os caminhos a seguir pareciam sombrios, por me aconselhar, educar e amar. Obrigada á luta diária que teve e tem para que eu possa vencer na vida, eu te amo.

Ao meu irmão, **Henrique Küll Neto**, por todo apoio, amizade, companheirismo. Por se fazer presente diariamente mesmo apesar da distância, por toda dedicação e pelos ensinamentos sábios. Obrigada meu maninho por toda ajuda, eu te amo demais e quero você sempre ao meu lado.

À minha tia, **Mara Silvia Ferreira**, que está no céu, mas certamente olhando por mim, agradeço ao apoio, carinho e amor que sempre teve por mim e a felicidade que tinha ao saber das minhas vitórias em cada momento da graduação. Saudade eterna.

Ao meu namorado, **Alexandre Kishimoto**, agradeço por todo amor, carinho, atenção e muita paciência que teve por mim, obrigada por me incentivar, estar ao meu lado e sempre presente tornando meus momentos de dificuldade mais simples de serem solucionados. Sou muito feliz por ter você ao meu lado, eu te amo.

Aos pais do meu namorado **Elio Tomoaki Kishimoto e Mitiko Sakamoto Kishimoto**, obrigada por todo carinho, por sempre me receberem bem e estarem ao meu lado nesta fase difícil de insegurança, por serem minha segunda família, vocês são muito especiais e importantes para mim.

À minha amiga, **Adriana Senra de Branco Marques**, companheira da faculdade para a vida, dupla de clínica e parceira, obrigada por esses anos de amizade e companheirismo, por estar ao meu lado em todos os momentos.

À grande amiga que a pesquisa me trouxe, **Dra. Thaís Yumi Umeda Suzuki**, muitos foram os momentos vivenciados, no início nossos encontros e momentos eram voltados estritamente à pesquisa, mas com o tempo fomos se aproximando e construímos o mais belo tesouro que a vida pode oferecer: a amizade! Obrigada pelas palavras, ensinamentos, companheirismo e respeito, que assim como esse tempo que passou nossa amizade se fortaleça sempre mais, você foi uma pessoa muito especial em minha vida e quero levar essa amizade para sempre. “Em algum lugar, algo incrível está esperando para ser descoberto” (Carl Sagan). Obrigada por me motivar e incentivar com a pesquisa despertando em mim o anseio de conhecimento.

À mais uma amiga que a pesquisa me proporcionou, **Ana Teresa Maluly Proni**, obrigada por todo apoio e dedicação na elaboração e condução da pesquisa, pela motivação profissional e pessoal. Muito obrigada!

À todos os amigos que de uma forma geral fizeram parte da minha vida durante esses anos de graduação, amigas de infância, do colégio, a todas as companheiras de república e as duplas da faculdade e as caronas que nesses anos me acompanharam e me motivaram.

Agradeço à todos funcionários do setor de Triagem da Universidade que torceram por mim e acreditaram no meu desempenho neste trabalho.

À turma XIII e turma XIV pelos anos de estudos, amizade e companheirismo.

À todos que torceram por mim, de longe ou de perto e que contribuíram diretamente ou indiretamente para a realização deste trabalho.

*“Que tamanho tem o universo?
O universo tem o tamanho do seu mundo.
Que tamanho tem o meu mundo?
Tem o tamanho dos seus sonhos.”*

Augusto Cury

KÜLL, MF. **Efeito da incorporação de quitosana ou nanodiamante na estabilidade de cor e rugosidade de superfície de resina bisacrílica.** 2017. 26f. Trabalho de conclusão de curso (Bacharelado) - Faculdade de Odontologia, Universidade Estadual Paulista, Araçatuba, 2017.

Resumo

O objetivo deste estudo foi avaliar o efeito da incorporação de quitosana ou nanodiamantes na estabilidade de cor e rugosidade de superfície de resina bisacrílica submetida ao envelhecimento artificial. Neste estudo, três resinas bisacrílicas foram avaliadas: Protemp 4 (controle); Protemp 4 com incorporação de quitosana; Protemp 4 com incorporação de nanodiamante. Vinte e quatro espécimes foram preparados para cada material. A rugosidade de superfície inicial (R_a) foi mensurada em perfilômetro (Surftest SJ-400, Mitutoyo), usando *cut-off* de 0.25 mm. Três leituras foram realizadas em cada amostra e a média calculada. Leituras iniciais de cor foram realizadas de acordo com a escala CIE $L^*a^*b^*$ em espectroscópio (UV-2450, Shimadzu). Após as leituras iniciais, as amostras foram individualmente imersas em soluções de refrigerante de cola (Pepsi), vinho tinto (Santa Rita, Cabernet Sauvignon) ou água destilada ($n=8$) por 28 dias. Leituras finais de rugosidade de superfície e cor foram novamente realizadas. A estabilidade da cor foi determinada pela diferença entre as coordenadas obtidas antes e depois do processo de envelhecimento. Os dados de rugosidade e mudança de cor foram avaliados por ANOVA e teste de Tukey ($\alpha=0,05$). Os resultados mostraram que a incorporação de nanodiamantes ou quitosana à resina bisacrílica Protemp 4 não causou alterações na estabilidade de cor dos materiais estudados. O armazenamento em vinho tinto causou as maiores variações na rugosidade de superfície dos materiais estudados, enquanto que o refrigerante de cola propiciou menores valores de estabilidade de cor para a resina bisacrílica modificada por quitosana. Concluiu-se que, de maneira geral, a modificação de materiais por nanodiamantes e quitosana não causou prejuízo na estabilidade de cor e na rugosidade de superfície da resina bisacrílica Protemp 4.

Palavras-chave: Cor. Propriedades de superfície. Restauração dentária temporária. Quitosana.

KÜLL, MF. **Effect of the incorporation of chitosan or nanodiamond in the color stability and surface roughness of bisacrylic resin.** 2017.26f. Trabalho de conclusão de curso (Bacharelado) - Faculdade de Odontologia, Universidade Estadual Paulista, Araçatuba, 2017.

Abstract

The aim of this study was to evaluate the effect of the chitosan or nanodiamonds incorporation on the color stability and surface roughness of bisacrylic resin submitted to artificial aging. In this study, 3 bisacryl resin composites bisacryl were evaluated: Protemp 4 (control); chitosan-modified Protemp 4 and nanodiamond-modified Protemp 4. Twenty four specimens were prepared for each material. Surface roughness was determined using profilometer (Surftest SJ-400, Mitutoyo) with cut-off of 0.25 mm. Baseline color was measured according to the CIE L*a*b* system using a reflection spectrophotometer (UV-2450, Shimadzu). After these tests, specimens were immersed individually in cola soft drink (Pepsi), red wine (Santa Rita, Cabernet Sauvignon, Chile) or distilled water (n=8) for 28 days. After the aging, the surface roughness and final color were re-evaluated. Color stability was determined by difference between coordinates obtained before and after the aging procedure. Data of roughness and color change were evaluated by ANOVA and Tukey's test ($\alpha=0,05$). The results showed that the incorporation of nanodiamonds or chitosan into Protemp 4 did not cause changes in the color stability of the materials. The storage in red wine caused higher variation in the values of surface roughness, while the cola soft drink showed less values of color stability for chitosan-modified Protemp 4. It is concluded that, in general, the modification of Protemp 4 with chitosan or nanodiamonds did not cause damages in the color stability and surface roughness compared to control group.

Key-words: Color. Surface properties. Dental Restoration Temporary. Chitosan.

LISTA DE TABELAS

Tabela 1. Análise de Variância para rugosidade de superfície.....	18
Tabela 2. Resultados da rugosidade de superfície (Ra) dos materiais, antes e após o armazenamento nas diferentes soluções.	19
Tabela 3. Análise de Variância para estabilidade de cor (ΔE).....	19
Tabela 4. Resultados da estabilidade de cor (ΔE) dos materiais nas diferentes soluções de armazenamento.	20

LISTA DE ABREVIATURAS

α	Nível de significância (alpha)
°C	Grau Celsius
%	Porcentagem
μm	Micrometro
>	Maior
<	Menor
=	Igual
+	Mais
ΔE	Diferença de cor
1/2	Meio
3D	Tridimensional
Adj.	Adjunto
ANOVA	Análise de variância
a*	Quantidade de vermelho (valores positivos) e de verde (valores negativos)
b*	Quantidade de amarelo (valores positivos) e de azul (valores negativos)
CIE	Comission Internationale de l'Eclairaga
Corp.	Corporation
CT	Connecticut
Dr.	Doutor
Dra.	Doutora
EUA	Estados Unidos da América
Et.al	E coladoradores
L*	Luminosidade
ml	Mililitro (unidade de medida equivalente a 10^{-3}l)
mm	Milímetro (unidade de medida equivalente a 10^{-3}m)
mm/s	Milímetro por segundo
MN	Minessota
n	Número
P	Valor de probabilidade

ph	Pontencial Hidrogeniônico
Prof.	Professor
Ra	Rugosidade média de Superfície
SP	São Paulo
UNESP	Universidade Estadual Paulista

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	14
2. MATERIAIS E MÉTODOS.....	15
2.1 Delineamento Experimental	15
2.2 Preparo dos Espécimes	16
3. RESULTADOS	18
4. DISCUSSÃO	20
5. CONCLUSÃO.....	22
REFERÊNCIAS.....	23

1. INTRODUÇÃO

Uma das etapas mais importantes para o sucesso de próteses fixas são as restaurações provisórias (Hamza et al., 2004; Mehrpour, 2016). As restaurações provisórias proporcionam função, conforto, adequada aparência estética e fácil higiene bucal aos pacientes. Também apresentam fins de diagnósticos como proteção pulpar, isolamento térmico e estabilização contra movimentos dos dentes. Além disso, apresenta um papel importante na prevenção de crescimento gengival sobre o dente preparado (Poonacha et al., 2013; Cakan e Kara, 2015; Köroglu et al., 2016).

Os materiais disponíveis para confecção de coroas provisórias são resinas acrílicas ativadas quimicamente e as resinas bisacrílicas (Guler et al., 2005; Poonacha et al., 2013; Köroglu et al., 2016). A resina acrílica além de ser um material de baixo custo, pode ser facilmente alisado e polido. No entanto, possui a desvantagem de apresentar uma reação de polimerização exotérmica e contração de polimerização (Turgut et al., 2013; Köroglu et al., 2016). Em comparação às resinas a base de metacrilato, as resinas bisacrílicas apresentam vantagens como baixa contração de polimerização, baixa reação exotérmica e boa resistência ao desgaste. No entanto, também apresentam desvantagens como alto custo, menor capacidade de polimento, ser quebradiça, e apresentam maior dificuldade de reparo (Jo et al., 2011; Mehrpour, 2016).

Atualmente, um biomaterial tem se destacado na ciência da saúde por apresentar características como biocompatibilidade, ausência de toxicidade, atividade antibacteriana e rigidez (Sun, 2015). Trata-se da quitosana, um polissacarídeo derivado da quitina que pode ser encontrado no exoesqueleto de crustáceos (Arancibia et al., 2013; Amir et al., 2014). A quitosana pode ser degradada por enzimas em oligossacarídeos e que são rapidamente reabsorvidas, criando um complexo insolúvel com moléculas do tecido conjuntivo, como o colágeno e glicosaminoglicanos, formando assim uma estrutura tridimensional (3D) interligada, que favorece a engenharia de tecido por ser uma biomolécula atraente (Mi et al., 2006, Yamada et al., 2007; Amir et al., 2014). Apesar dessas vantagens, seria interessante a integração da quitosana com outros biomateriais na tentativa de melhorar suas propriedades biológicas e mecânicas para uma adequada aplicação clínica (Sun, 2015), uma vez que em muitos pacientes as forças oclusais causam

tensões, especialmente na área marginal, podendo exceder o limiar elástico do material provisório, causando deformações ou fratura e o consequente fracasso da restauração provisória (Protopapa et al., 2011).

É possível reforçar os materiais provisórios por meio de vários materiais como fios metálicos, fibras e vários óxidos (zircônia, alumínio e titânio) (Panyayong et al., 2002; Geerts et al., 2008; Protopapa et al., 2011). Mais recentemente, um nanomaterial de carbono, denominado nanodiamante (Karbushev et al., 2009; Dolmatov, 2007; Protopapa et al., 2011) têm se tornado cada vez mais estudado devido às suas características como dureza, condutividade térmica, transparência óptica em um amplo espectro (Shenderova et al., 2006; Protopapa et al., 2011), alta resistência mecânica e excelente biocompatibilidade (Sun, 2015). Além disso, os nanodiamantes apresentam vários grupos químicos hidrofílicos que os tornam atraentes para várias aplicações biomédicas (Butenko et al., 2006; Protopapa et al., 2011).

A incorporação de nanopartículas em matrizes poliméricas têm apresentado resultados positivos no reforço dos materiais (Khaled et al 2007; Protopapa 2011). Dessa forma espera-se que ao incorporar nanodiamantes em materiais poliméricos odontológicos obtenha-se um reforço nas propriedades mecânicas (Shenderova et al, 2007; Sirotinkin et al, 2004; Protopapa, 2011).

Dessa forma, o objetivo deste estudo foi avaliar o efeito da incorporação de quitosana ou nanodiamante na estabilidade de cor e rugosidade de superfície de resina bisacrílica submetida ao envelhecimento artificial com soluções corantes. As hipóteses nulas a serem testadas foram: (1) não haveria alterações na estabilidade de cor e rugosidade de superfície entre as diferentes resinas compostas bisacrílicas estudadas e (2) o envelhecimento artificial com diferentes soluções corantes não causariam alterações na estabilidade de cor e rugosidade de superfície nos materiais estudados.

2. MATERIAIS E MÉTODOS

2.1 Delineamento Experimental

No presente estudo, dois fatores foram estudados: (1) resina composta bisacrílica, em três níveis Protemp 4 (controle); Protemp 4 com incorporação de quitosana; Protemp 4 com incorporação de nanodiamante e (2) soluções corantes

para o envelhecimento artificial em três níveis (água destilada, refrigerante de cola e vinho tinto). As variáveis resposta foram: alteração de cor e rugosidade de superfície. Foram confeccionados 24 espécimes de cada material. A cor e a rugosidade de superfície inicial foi mensurada e, em seguida, os espécimes foram individualmente imersos em soluções corantes durante 28 dias, sendo realizadas trocas semanais. As leituras finais de cor e rugosidade de superfície foram novamente realizadas. Os três princípios básicos da experimentação foram respeitados (repetição, aleatorização e blocagem). Os dados foram submetidos a testes estatísticos de normalidade e testes específicos para verificação da significância entre as médias.

2.2 Preparo dos Espécimes

Neste estudo, foram utilizadas 3 resinas compostas bisacrílicas: Protemp 4 (3M Espe ST.Paul, MN, EUA); Protemp 4 com incorporação de quitosana 5% em massa (Sigma Aldrich, Australia); Protemp 4 com incorporação de nanodiamante 5% em massa (2-8 micrometros, Sigma Aldrich). Vinte e quatro espécimes medindo 5 mm de diâmetro e 3 mm de altura foram confeccionados de cada material, totalizando 72 espécimes. Uma matriz de acrílico foi utilizada para a confecção dos espécimes. Com auxílio de uma ponta misturadora e um dispensador, cada material foi inserido na matriz e coberto com uma lamínula de vidro. O material foi comprimido para evitar a formação de bolhas na sua superfície e remoção do excesso. Em seguida, aguardou um período de 5 minutos e os espécimes foram removidos da matriz e armazenados a 37°C a umidade relativa de 100% por 24 horas.

Após esse período, cada espécime foi individualmente fixada numa base de acrílico e a superfície superior de todos os espécimes foi desgastadas manualmente com lixas abrasivas de granulação 320, 600, 800 e 1200 (Extec Corp, Enfield, CT, EUA) e então polidas com pasta diamantada (6, 3, 1 μ m) por um período de 4 minutos cada etapa. As amostras foram limpas em cuba ultrassônica (modelo 2210, Branson Ultrasonic Corp., Danbury CT, EUA) com água deionizada durante 2 minutos entre as lixas, pastas e ao final do processo.

A rugosidade de superfície foi determinada com perfilômetro (Surftest SJ-400; Mitutoyo Corp.,Tóquio, Japão). A ponta medidora do perfilômetro foi

posicionada na superfície do espécime e os valores de Ra (média aritmética da rugosidade de superfície), foram mensurados usando *cut-off* de 0,25 mm, à velocidade de 0,01 mm/s. Três leituras foram feitas sobre cada superfície em diferentes posições, e a média foi calculada. Cada leitura foi obtida depois de girar o espécime em 120 graus.

A análise da cor foi realizada através de um Espectrofotômetro de Reflexão Ultravioleta Visível, Modelo UV-2450 (Shimadzu, Kyoto, Japão), com as alterações de cor calculadas por meio do Sistema CIE L*a*b*, estabelecido pela Comissão Internationale de l'Eclairage – CIE. O CIE L*a*b* permitiu a especificação de percepções de cores em termos de um espaço tridimensional, através do comprimento de onda versus reflexão. A axial “L” é conhecida como luminosidade e se estende de 0 (preto) a 100 (branco perfeito), coordenada “a” representa a quantidade de vermelho (valores positivos) e de verde (valores negativos), enquanto a coordenada “b” representa a quantidade de amarelo (valores positivos) e de azul (valores negativos). As coordenadas “a” e “b” coexistem no mesmo plano dentro deste espaço tridimensional. Para padronizar a área de leitura, evitando possíveis variações, os corpos de prova foram posicionados sempre na mesma posição no espectrofotômetro.

Após as leituras iniciais de rugosidade superficial e cor, os espécimes de cada resina bisacrílica (n=8) foram imersos individualmente em frascos contendo 5 ml de refrigerante de cola (Pepsi, pH 2,53; PepsiCo, Nova Iorque, EUA), vinho tinto (Santa Rita, Cabernet Sauvignon 2015, pH 3,66; Chile) e água destilada (pH 6,37) por um período de teste de 28 dias, mantidos em estufa (ECB-2. Adamo Products for Laboratory Ltda., Piracicaba, SP, Brasil) em temperatura de 37°C. Os frascos foram selados para prevenir a evaporação das soluções. As soluções foram renovadas semanalmente (Stober et al., 2001).

Depois dos envelhecimentos, a rugosidade de superfície e cor foram reavaliadas. A diferença de cor (ΔE) após o envelhecimento foi calculada entre as coordenadas de cor antes (baseline) e após tratamento de envelhecimento. O sistema CIE L*a*b* calcula a distância de cor entre dois pontos por meio da fórmula: $\Delta E = [(\Delta L)^2 + (\Delta a)^2 + (\Delta b)^2]^{1/2}$.

Os dados de rugosidade de superfície (Ra) e estabilidade de cor (ΔE) foram submetidos aos testes de normalidade (Shapiro-Wilk) e homogeneidade de variância. Os dados de rugosidade de superfície (Ra) foram submetidos ao teste de

ANOVA 3 fatores para medidas repetidas (three-way repeated measures ANOVA) e teste de Tukey para comparação entre as médias ($\alpha < 0,05$). Os dados de estabilidade de cor (ΔE) foram submetidos à ANOVA dois fatores e teste de Tukey para comparação entre as médias ($\alpha < 0,05$).

3. RESULTADOS

Os resultados da análise de variância para rugosidade de superfície (Tabela 1) mostraram que, dentre os três fatores analisados, houve diferença estatisticamente significativa entre as soluções utilizadas ($p = 0,0165$) e para interação tempo x solução ($p = 0,0482$). Para os demais fatores e interações, a diferença não foi estatisticamente significativa ($p > 0,05$).

Tabela 1. Análise de Variância para rugosidade de superfície.

ANOVA Table for Ra

	DF	Sum of Squares	Mean Square	F-Value	P-Value	Lambda	Power
Material	2	.012	.006	1.163	.3193	2.325	.237
Solution	2	.044	.022	4.383	.0165	8.765	.740
Material * Solution	4	.034	.008	1.710	.1590	6.838	.487
Subject(Group)	63	.313	.005				
Category for Ra	1	.001	.001	.191	.6638	.191	.071
Category for Ra * Material	2	.005	.002	.752	.4756	1.504	.167
Category for Ra * Solution	2	.020	.010	3.184	.0482	6.368	.582
Category for Ra * Material * Solution	4	.014	.004	1.178	.3292	4.711	.341
Category for Ra * Subject(Group)	63	.193	.003				

Means Table for Ra

Effect: Category for Ra * Material * Solution

A Tabela 2 mostra que houve aumento nos valores de rugosidade de superfície (Ra) após o armazenamento em Pepsi e vinho tinto para o Protemp 4 + quitosana ($p = 0,01$ e $p = 0,03$, respectivamente), bem como para o Protemp 4 + nanodiamante após armazenamento em vinho tinto ($p = 0,023$). Houve diminuição nos valores de rugosidade para o Protemp 4 controle após armazenamento em vinho tinto ($p = 0,001$). Nas demais análises, não houve diferença nos valores de rugosidade antes e após o armazenamento ($p > 0,05$).

Na comparação entre os materiais, o Protemp 4 controle apresentou menores valores de rugosidade quando comparado ao Protemp 4 + nanodiamante após o armazenamento em vinho tinto ($p = 0,005$). Após o armazenamento nas demais soluções, não houve diferença estatisticamente entre os materiais ($p > 0,05$).

Tabela 2. Resultados da rugosidade de superfície (Ra) dos materiais, antes e após o armazenamento nas diferentes soluções.

	ÁGUA DESTILADA		PEPSI		VINHO TINTO	
	Antes	Depois	Antes	Depois	Antes	Depois
PROTEMP 4 CONTROLE	0.114 ± 0.140 a A	0.089 ± 0.100 a A	0.033 ± 0.012 a A	0.049 ± 0.034 a A	0.049 ± 0.034 b A	0.039 ± 0.006 a A
PROTEMP 4 + QUITOSANA	0.145 ± 0.191 a A	0.067 ± 0.028 a A	0.041 ± 0.017 a A	0.061 ± 0.018 b A	0.041 ± 0.011 a A	0.072 ± 0.037 b AB
PROTEMP 4 + NANODIAMANTE	0.036 ± 0.014 a A	0.054 ± 0.019 b A	0.041 ± 0.006 a A	0.050 ± 0.016 a A	0.044 ± 0.016 a A	0.074 ± 0.030 b B

Fonte: Elaborado pelo autor

Diferentes letras minúsculas indicam diferença estatisticamente significativa ($p < 0,05$) entre as leituras iniciais e finais para cada solução de armazenamento. Diferentes letras maiúsculas indicam diferença estatisticamente significativa entre os materiais ($p < 0,05$).

Os resultados da análise de variância para estabilidade de cor (Tabela 3) mostraram que não houve diferença estatisticamente significativa entre os dois fatores analisados (material e solução), bem como a interação entre eles ($p > 0,05$). No entanto, o teste de Tukey mostrou que, para o material Protemp 4 + quitosana, o armazenamento em Pepsi promoveu maior alteração de cor comparado ao armazenamento em vinho tinto ($p = 0,038$) (Tabela 4). Para os demais materiais, a diferença na estabilidade de cor entre as soluções não foi estatisticamente significativa ($p > 0,05$).

Tabela 3. Análise de Variância para estabilidade de cor (ΔE).

ANOVA Table for Delta E

	DF	Sum of Squares	Mean Square	F-Value	P-Value	Lambda	Power
Material	2	58.459	29.230	.707	.4971	1.413	.159
Solution	2	10.456	5.228	.126	.8815	.253	.068
Material * Solution	4	334.129	83.532	2.020	.1024	8.078	.567
Residual	63	2605.742	41.361				

Means Table for Delta E

Tabela 4. Resultados da estabilidade de cor (ΔE) dos materiais nas diferentes soluções de armazenamento.

	ÁGUA DESTILADA	PEPSI	VINHO TINTO
PROTEMP 4 CONTROLE	12.92 $\pm$ 7.53 a A	11.00 $\pm$ 6.93 a A	11.15 $\pm$ 6.81 a A
PROTEMP 4 + QUITOSANA	8.71 $\pm$ 4.20 ab A	14.73 $\pm$ 7.86 a A	7.79 $\pm$ 3.08 b A
PROTEMP 4 + NANODIAMANTE	8.81 $\pm$ 5.88 a A	7.41 $\pm$ 5.93 a A	12.24 $\pm$ 7.87 a A

Fonte: Elaborado pelo autor

Diferentes letras minúsculas indicam diferença estatisticamente significativa ($p < 0,05$) entre as soluções de armazenamento. Diferentes letras maiúsculas indicam diferença estatisticamente significativa ($p < 0,05$) entre os materiais.

4. DISCUSSÃO

No presente estudo, foi avaliado a incorporação de quitosana ou nanodiamante na estabilidade de cor e rugosidade de superfície de resina bisacrílica, o qual foram envelhecidas artificialmente por meio da imersão em diferentes soluções. A utilização de substâncias como a quitosana e o nanodiamante, tem gerado diversos estudos com intuito de melhorar a biocompatibilidade desses materiais em diversos materiais, incluindo materiais provisórios (Sun, 2015). Os resultados obtidos neste estudo mostraram que, a incorporação de nanodiamante ao Protemp 4 promoveu maiores valores de rugosidade de superfície que o grupo controle, após o armazenamento em vinho tinto, rejeitando-se, assim, a primeira hipótese nula do estudo. No entanto, nas demais condições analisadas, não houve diferença significativa entre os materiais.

Nanodiamantes estão se tornando um dos nanomateriais mais estudados para incorporação em matrizes poliméricas, uma vez que os mesmos possibilitam o aumento na resistência mecânica desses materiais (Perchyonok et al., 2015). Além disso, partículas de nanodiamante estão emergindo para aplicações biológicas devido sua biocompatibilidade (Krüger et al., 2008). Sendo assim, sua aplicação como potencial agente antibacteriano poderia também ser explorado. Dessa forma, a incorporação dos nanodiamantes na resina bisacrílica poderia promover aumento nas propriedades mecânicas desse material. No presente estudo, observou-se que, apenas após o armazenamento em vinho tinto, essa modificação causou aumento

nos valores de rugosidade de superfície para o material (Tabela 2) em comparação ao grupo controle. Embora a literatura relate que uma superfície mais rugosa (acima de $0,2\mu\text{m}$) poderia possibilitar maior acúmulo de placa bacteriana (Bollen et al., 1997), o possível efeito antibacteriano dos nanodiamantes poderiam compensar essa maior rugosidade de superfície obtida. Além disso, o possível efeito deletério de uma superfície mais rugosa apresentada pelo material modificado por nanodiamantes na estabilidade de cor não foi comprovada, uma vez que não houve diferença estatisticamente significativa na estabilidade entre os materiais estudados (Tabela 4).

A adição de quitosana à resina bisacrílica não promoveu alteração nos valores de rugosidade de superfície (Tabela 3) ou estabilidade de cor (Tabela 4) na comparação ao grupo controle. Os possíveis efeitos benéficos da adição deste polissacarídeo, como a reconhecida atividade antimicrobiana (Yadav et al., 2004) poderia representar um benefício clínico da incorporação desta substância à materiais provisórios. Além disso, a incorporação da quitosana em *primer* de um sistema adesivo de condicionamento total, mostrou aumentar a durabilidade da interface adesiva restauradora (Diolosa et al., 2014). No presente estudo, embora não houvesse diferença estatisticamente significativa na alteração de cor entre os diferentes materiais estudados, ressalta-se maiores valores de estabilidade de cor dos materiais modificados comparados ao grupo controle, especialmente quando o armazenamento foi realizado em água destilada (Tabela 4). Outro benefício da aplicação da quitosana seria potencializar a ação de outros fármacos, como o gel de clorexidina (Senel et al., 2000).

O armazenamento dos materiais em vinho tinto promoveu aumento nos valores de rugosidade para ambos materiais modificados (Tabela 2), rejeitando-se, assim, a segunda hipótese nula do estudo. Da mesma maneira, o armazenamento no refrigerante de cola para o material Protemp + quitosana promoveu aumento nos valores de rugosidade de superfície (Tabela 2) e menor estabilidade de cor (Tabela 4), comparado às demais soluções. Provavelmente, o baixo pH que refrigerantes de cola possuem, poderiam ter causado perda de íons estruturais afetando negativamente a superfície da matriz, gerando assim desgaste do material (Catelan et al., 2011). Além disso, a sorção das moléculas do álcool, contidas nas bebidas e nos colutórios, dentro da matriz resinosa, poderia resultar no amolecimento da

superfície do material, o que poderia ter contribuído para os maiores valores de rugosidade após armazenamento em vinho tinto (Catelan et al., 2011).

Sendo assim, a modificação de materiais por nanodiamantes e quitosana parece, de maneira geral, não ter causado prejuízo na estabilidade de cor e na rugosidade de superfície da resina bisacrílica Protemp 4, cuja aplicabilidade clínica poderia ser viável em virtude de suas propriedades biológicas e mecânicas. A incorporação de ambos produtos no mesmo material ainda precisam ser melhor elucidadas.

5. CONCLUSÃO

A incorporação de nanodiamantes ou quitosana à resina bisacrílica Protemp 4 não causou alterações na estabilidade de cor dos materiais estudados. A resina bisacrílica modificada por nanodiamante apresentou maiores valores de rugosidade de superfície comparado ao controle. O armazenamento em vinho tinto causou as maiores variações na rugosidade de superfície dos materiais estudados, enquanto que o refrigerante de cola propiciou menores valores de estabilidade de cor para a resina bisacrílica modificada por quitosana.

REFERÊNCIAS

Amir LR, Suniarti DF, Utami S, Abbas B. Chitosan as a potential osteogenic factor compared with dexamethasone in cultured macaque dental pulp stromal cells. *Cell Tissue Res* 2014;358:407-15.

Arancibia R, Maturana C, Silva D, Tobar N, Tapia C, Salazar JC, Martínez J, Smith PC. Effects of chitosan particles in periodontal pathogens and gingival fibroblasts. *J Dent Res* 2013;92:740-5.

Butenko YV, Kuznetsov VL, Paukshtis EA, Stadnichenko AI, Mazov IN, Moseenkov SI, Boronin AI, Kosheev SV. The thermal stability of nanodiamond surface groups and onset of nanodiamond graphitization. *Fuller Nanotub Car N* 2006; 14:557-64.

Cakan U, Kara HB. Effect of liquid polishing materials on the stainability of bis-acryl interim restorative materials in vitro. *J Prosthet Dent* 2015;113:475-9.

Catelan A.; Briso, A.L.F. ; Sundfeld, R.H. ; Goiato, M.C. ; Dos Santos, P. H. Color stability of sealed composite resin restorative materials after ultraviolet artificial aging and immersion in staining solutions. *The Journal of Prosthetic Dentistry*, v. 105, p. 236-241, 2011.

Dilosa M.; Donati I.; Turco G.; Cadenaro M.; Di Lenarda R.; Breschi L.; Paoletti S. Use of methacrylate – modified chitosan to increase the durability of dentine bonding systems. *Biomacromolecules*.; 2014; 15 (12), p 4606–461.

Dolmatov VY. Polymer-diamond composites based on detonation nanodiamonds. Part 1. *J Superhard Mater* 2007;29:1-11.

Geerts G, Overturf J-H, Oberholzer TG. The effect of different reinforcements on the fracture toughness of materials for interim restorations. *J Prosthet Dent* 2008; 99: 461-7.

Guler AU, Yilmaz F, Kulunk T, Guler E, Kurt S. Effects of different drinks on stainability of resin composite provisional restorative materials. *J Prosthetic Dent* 2005;94:118-24.

Hamza TA, Rosenstiel SF, Elhosary MM, Ibraheem RM. The effect of fiber reinforcement on the fracture toughness and flexural strength of provisional restorative resins. *J Prosthet Dent* 2004;91:258-64.

Jo LJ, Shenoy KK, Shetty S. Flexural strength and hardness of resins for interim fixed partial dentures. *Indian J Dent Res.* 2011;22:71-6.

Karbushev V V, Konstantinov II, Parsamyan IL, KulichikhinVG, Popov VA, George TF. Preparation of polymernanodiamond composites with improved properties. *Adv Mater Res* 2009;59:275-8.

Khaled SM, Sui R, Charpentier PA, Rizkalla AS. Synthesis of TiO₂-PMMA nanocomposite: Using Methacrylic Acid as a coupling agent. *Langmuir* 2007;23:3988-95.

Krüger A, New Carbon Materials: Biological Applications of Functionalized Nanodiamond Materials, *Chem.-Eur. J.*, 14 (2008) 1382-1390.

Köroğlu A, Sahin O, Dede DÖ, Yilmaz B. Effect of different surface treatment methods on the surface roughness and color stability of interim prosthodontic materials. *J Prosthet Dent* 2016;115:447-55.

Mehrpour H, Farjood E, Giti R, Barfi Ghasrdashti A, Heidari H. Evaluation of the flexural strength of interim restorative materials in fixed prosthodontics. *J Dent (Shiraz)*. 2016;17:201-6.

Mi FL, Huang CT, Liang HF, Chen MC, Chiu YL, Chen CH, Sung HW (2006) Physicochemical, antimicrobial, and cytotoxic characteristics of a chitosan film cross-linked by naturally occurring cross-linking agent, aglycone genipocidic acid. *J Agric Food Chem* 54:3290-6.

Panyayong W, Oshida Y, Andres CJ, Barco TM, Brown DT, Hovijitra S. Reinforcement of acrylic resins for provisional fixed restorations. Part III: effects of addition of titania and zirconia mixtures on some mechanical and physical properties. *Biomed Mater Eng* 2002;12:353-66.

Perchyonok V, Souza T, Felliti R, Zhang S, Grobler S (2015) Bio-Functional Nanodiamond Restorative Materials Containing Bio-Additives: In Vitro Approach. *Open Journal of Stomatology* 5: 117-26.

Poonacha V, Poonacha S, Salagundi B, Rupesh PL, Raghavan R. In vitro comparison of flexural strength and elastic modulus of three provisional crown materials used in fixed prosthodontics. *J Clin Exp Dent* 2013;5:212-7.

Protopapa P, Kontonasaki E, Bikiaris D, Paraskevopoulos KM, Koidis P. Reinforcement of a PMMA resin for fixed interim prostheses with nanodiamonds. *Dent Mater J* 2011;30:222-31.

Senel S, Ikinici G, Kas S, Yousefirad A, Sargon M,; Hincal AA. Chitosan films and hydrogels of chlorhexidine gluconate for oral mucosal delivery. *Int. J. Pharm.* (2000), 5(2):197-203.

Shenderova O, McGuire G. In: Gogotsi Y, editor. *Carbon nanomaterials*. Philadelphia: CRC Press Taylor & Francis Group; 2006. p.175-210.

Sirotinkin NV, Voznyakovskii AP, Ershova AN. Model of formation of three-dimensional polyurethane films modified by detonation nanodiamonds. *Phy Solid State* 2004;46:746-7.

Sun Y. Synthesis and characterization of nano-diamond reinforced chitosan for tissue engineering. *Dissertação de mestrado da Universidade de Saskatchewan, Saskatoon*. 2015.

Turgut S, Bagis B, Ayaz EA, Ulusoy KU, Altintas SH, Korkmaz FM, Bagis N. Discoloration of provisional restorations after oral rinses. *Int J Med Sci* 2013;10:1503-9.

Yadav AV, Bhise. B. Chitosan: a potencial biomaterial effective against typhoid. *Cur. Sci.* (2004), 87(9): 1176-1178.

Yamada S, Ganno T, Ohara N, Hayashi Y (2007) Chitosan monomer accelerates alkaline phosphatase activity on human osteoblasts cells under hypofunctional conditions. *J Biomed Mater Res A* 83:290-5.