

**University of Mosul
College of Dentistry**



**Preparation and Assessment of a Universal Adhesive
Modified by Incorporating Chitosan Capped Cerium
Oxide Nanoparticles**

**A Dissertation Submitted By
Hisham Ibrahim Wali Ali**

**To
The Council of Dentistry College
Mosul University
As A Partial Fulfillment of the Requirements for The Degree of
Philosophy Doctorate
In
Dental Sciences**

**Supervised by
Assistant Professor
Dr. Sawsan Hameed Ahmed**

1447 A.H.

2025 A.D.

ABSTRACT

Aims: This study aimed to prepare a colloidal suspension of chitosan capped cerium oxide nanoparticles (Ch-CeNPs), incorporate it into a universal adhesive, and assess its effect on the physiochemical, cytotoxicity properties and antibacterial action of the universal adhesive besides morphological features of the adhesive dentin interface.

Materials and Methods: In the pilot study, Ch-CeNPs were synthesized and characterized by Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR), Transmission electron microscopy (TEM), Field emission scanning microscopy (FESEM) with energy dispersive X-ray spectroscopy (EDS) with elemental mapping. Then, 1, 2 and 3% by weight of Ch-CeNPs were incorporated into the All Bond Universal Adhesive dentin bonding agent and the physiochemical properties of the modified universal adhesive (color, wettability, and immediate and 24-hour post degree of conversion) were assessed in comparison to the control adhesive. In the main study, the weight percentage of the modified adhesives resulting in the best physiochemical properties, the 3% wt., was further assessed for its antimicrobial action by both an agar diffusion test (ADT) and a direct contact test (DCT) after 1, 7, and 14 days against *S. mutans* and *L. acidophilus*. *In vitro* cytotoxicity of the modified adhesive was investigated to evaluate its biocompatibility using gingival human fibroblast cells for 24, 48, and 72 hours. The notched-shear bond strength test (SBS) (ISO 29022) was performed after thermocycling for the evaluation of shear bond strength. At last, the morphological features of the modified adhesive dentin interface including resin tag penetration depth and hybrid layer thickness were evaluated by scanning electron microscopy.

Results: From the pilot study, it was found that the 3% Ch-CeNPs incorporated adhesive recorded the highest degree of conversion while the color was insignificantly changed and the wettability was still acceptable.

From the main study, the antibacterial action of the 3% Ch-CeNPs incorporated adhesive against *S. mutans* and *L. acidophilus* was significantly higher than the control adhesive. However, the antibacterial action against *S. mutans* was significantly higher than that against *L. acidophilus*. The biocompatibility of the 3% Ch-CeNPs incorporated adhesive after 24-hour was significantly higher than that of the control adhesive. The SBS of the 3% Ch-CeNPs incorporated adhesive was significantly lower than that of the control adhesive. The 3% Ch-CeNPs incorporated adhesive resulted in significantly shallower resin tag penetration depth and thicker hybrid layer compared to the control adhesive.

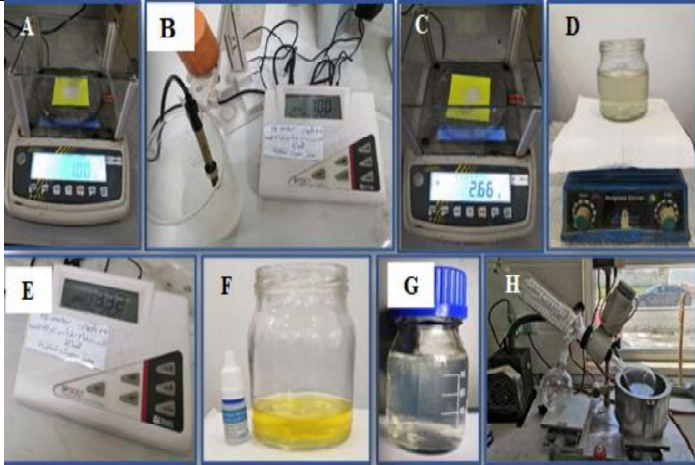
Conclusions: The incorporation of Ch-CeNPs at 3% wt. into the universal adhesive significantly enhanced its DC, antibacterial action and biocompatibility whilst it decreased its SBS and changed its adhesive dentin interface SEM morphological features.

Preparation and Assessment of a Universal Adhesive Modified by Incorporating Chitosan Capped Cerium Oxide Nanoparticles

Author: Hisham Ibrahim Wali

Advisor: Sawsan H. Al-Jubori

Publisher: University of Mosul

HIGHLIGHTS	GRAPHICAL ABSTRACT
<ul style="list-style-type: none"> • C-CeNPs were prepared, assessed, and incorporated into a universal adhesive. • 3% wt. C-CeNPs modified universal adhesive showed higher antimicrobial action against <i>S. mutans</i> and <i>L. acidophilus</i>. • The incorporation of C-CeNPs into the universal adhesive significantly enhanced its DC, antibacterial action and biocompatibility whilst it decreased its SBS and changed its SEM interface morphological features. 	
<p>Keywords:</p> <p>Universal adhesive Chitosan Cerium trinitrate hexahydrate Wettability Degree of conversion Antibacterial action Shear bond strength</p>	<p>ABSTRACT</p> <p>Aims: This study aimed to prepare a colloidal suspension of chitosan capped cerium oxide nanoparticles (C-CeNPs), incorporate it into a universal adhesive, and assess its effect on the physicochemical, biological properties of the universal adhesive, its antibacterial action besides morphological features of the adhesive interface.</p> <p>Materials and Methods: C-CeNPs were synthesized and characterized by (FTIR), (TEM), (FESEM) with (EDS). Then, 0, 1, 2 and 3% wt. of C-CeNPs were incorporated into the universal adhesive and the color, wettability, and immediate and 24-hour post degree of conversion were assessed in comparison to the control adhesive. The weight percentage of the modified adhesives resulting in the best outcome, the 3% wt., was further assessed for its antimicrobial action against <i>S. mutans</i> and <i>L. acidophilus</i>. The in vitro cytotoxicity of the modified adhesive was investigated to evaluate its biocompatibility. The notched-shear bond strength test (SBS) was performed after thermocycling. At last, the morphological features of the modified adhesive interface evaluated by SEM.</p> <p>Results: From the pilot study, it was found that the 3% C-CeNPs incorporated adhesive recorded the highest degree of conversion while the color was insignificantly changed and the wettability was still acceptable.</p> <p>From the main study, the antibacterial action of the 3% C-CeNPs incorporated adhesive against <i>S. mutans</i> and <i>L. acidophilus</i> was significantly higher than the control non modified adhesive. However, the antibacterial action against <i>S. mutans</i> was significantly higher than that against <i>L. acidophilus</i>. The biocompatibility of the 3% C-CeNPs incorporated adhesive was significantly higher than that of the control adhesive. The SBS of the 3% C-CeNPs incorporated adhesive was significantly lower than that of the control adhesive. The 3% C-CeNPs incorporated adhesive resulted in significantly shallower resin tag penetration depth and thicker hybrid layer compared to the control adhesive.</p> <p>Conclusions: The incorporation of C-CeNPs into the universal adhesive significantly enhanced its DC, antibacterial action and biocompatibility whilst it decreased its SBS and changed its SEM interface morphological features.</p>



جامعة الموصل
كلية طب الاسنان

تحضير وتقييم مادة لاصقة شاملة تم تحويلها بواسطة دمج
حبيبات أكسيد السيريوم النانوية المغلفة بالكايتوسان

أطروحة تقدم بها
هشام إبراهيم ولي علي

إلى
مجلس كلية طب الأسنان
جامعة الموصل
كجزء من متطلبات نيل شهادة
الدكتوراه فلسفة في علوم طب الأسنان

بإشراف
الأستاذ المساعد
الدكتورة سوسن حميد أحمد

الخلاصة

الأهداف: هدفت هذه الدراسة إلى إعداد معلق غروي من حبيبات أكسيد السيريوم النانوية المغلفة بالكايتوسان (Ch-CeNPs) ودمجها بمادة لاصقة شاملة وتقييم تأثيرها على الخصائص الفيزيائية والكيميائية والبيولوجية للمادة اللاصقة وتأثيرها المضاد للبكتريا بالإضافة إلى تأثيرها على السمات الشكلية للسطح البيني للمادة اللاصقة.

المواد وطرق العمل: في الدراسة التجريبية، تم تصنيع Ch-CeNPs وتشخيصها باستخدام تحليل فورييه للطيف بالأشعة تحت الحمراء (FTIR)، ومجهر الإلكترون النافذ (TEM)، المجهر الإلكتروني الماسح للانبعاثات الميدانية (FESEM) مع مطيافية الأشعة السينية المشتتة للطاقة (EDS).

بعد ذلك، أضيفت حبيبات Ch-CeNPs بأوزان ١% و ٢% و ٣% إلى لاصق All Bond Universal Adhesive، واختبرت الخواص الفيزيائية والكيميائية للمادة اللاصقة الشاملة المعدلة بما في ذلك اللون، وقابلية البلل، ودرجة التحويل (الفورية وبعد ٢٤ ساعة) مقارنة بالمادة اللاصقة غير المعدلة. أما في الدراسة الرئيسية، فقد اختبرت النسبة المئوية لوزن المواد اللاصقة المعدلة التي أنتجت أفضل الخواص الفيزيائية والكيميائية، وهي ٣% وزناً لفعاليتها المضادة للميكروبات من خلال اختبار الانتشار بالآجار (ADT) واختبار التلامس المباشر (DCT) بعد ١ و ٧ و ١٤ يوماً ضد بكتريا *S. mutans* و *L. acidophilus*. ودُرست السمية الخلوية للمادة اللاصقة المعدلة في المختبر لتقييم توافقها الحيوي باستخدام خلايا ليفية بشرية من اللثة لمدة ٢٤ و ٤٨ و ٧٢ ساعة. تم إجراء اختبار قوة الترابط القصي المسنن (ISO 29022) (SBS) بعد التدوير الحراري.

وأخيراً، تم تقييم الخصائص الشكلية للسطح البيني للمادة اللاصقة بما في ذلك عمق اختراق علامة الراتنج وسمك الطبقة الهجينة، باستخدام المجهر الإلكتروني الماسح.

النتائج: من الدراسة التجريبية، وُجد أن اللاصق المُدمج بحبيبات Ch-CeNPs بنسبة ٣% سجّل أعلى درجة تحويل، بينما تغيّر اللون بشكل طفيف، وظلت قابلية البلل مقبولة.

من الدراسة الرئيسية، كان التأثير المضاد للبكتيريا لللاصق المُدمج بحبيبات Ch-CeNPs بنسبة ٣% ضدّ *S. mutans* و *L. acidophilus* أعلى بكثير من اللاصق غير المعدل عند تقييمه بواسطة كلٍ من ADT و DCT ومع ذلك، كان التأثير المضاد للبكتيريا ضدّ *S. mutans* أعلى بكثير من التأثير المضادّ لـ *L. acidophilus* كما كان التوافق الحيويّ لللاصق المُدمج بحبيبات Ch-CeNPs بنسبة ٣% بعد ٢٤ ساعة أعلى بكثير من اللاصق الغير المعدل. كما كان اختبار SBS

للمادة اللاصقة المُدمجة بنسبة ٣% من حبيبات Ch-CeNPs النانوية أقل بكثير من SBS للمادة اللاصقة الغير معدلة. وقد أدى استخدام المادة اللاصقة المُدمجة بنسبة ٣% من حبيبات Ch-CeNPs النانوية إلى انخفاض كبير في عمق اختراق الراتنج وزيادة سمك الطبقة الهجينة مقارنة باللاصق الغير معدل.

الاستنتاجات: أدى دمج Ch-CeNPs في اللاصق الشامل إلى تعزيز DC وتأثيره المضاد للبكتيريا والتوافق البيولوجي بشكل كبير في حين أدى إلى تقليل SBS وتغيير السمات الشكلية للسطح البيني للمادة اللاصقة.