



**UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS  
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA**

**CAROLINE BRAIDO**

**NANOTECNOLOGIA APLICADA AO CIMENTO DE IONÔMERO DE VIDRO  
CONVENCIONAL: AVALIAÇÃO DA REAÇÃO DE PRESA E PERDA DO  
BRILHO**

PIRACICABA

2019

**CAROLINE BRAIDO**

**NANOTECNOLOGIA APLICADA AO CIMENTO DE IONÔMERO DE VIDRO  
CONVENCIONAL: AVALIAÇÃO DA REAÇÃO DE PRESA E PERDA DO  
BRILHO**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado à Faculdade de Odontologia de Piracicaba da Universidade Estadual de Campinas como parte dos requisitos exigidos para obtenção do título de Cirurgião Dentista.

Orientador: Prof(a). Dr(a). Kamila Rosamília Kantovitz

Coorientador: Prof(a). Dr(a). Kelly Maria Silva Moreira

ESTE EXEMPLAR CORRESPONDE À VERSÃO FINAL DO TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO APRESENTADO PELO(A) ALUNO(A) CAROLINE BRAIDO E ORIENTADO(A) PELO(A) PROF(A). DR(A). KAMILA ROSAMÍLIA KANTOVITZ.

PIRACICABA

2019

Ficha catalográfica  
Universidade Estadual de Campinas  
Biblioteca da Faculdade de Odontologia de Piracicaba  
Marilene Girello - CRB 8/6159

B731n Braido, Caroline, 1990-  
Nanotecnologia aplicada ao cimento de ionômero de vidro convencional :  
avaliação da reação de presa e perda do brilho / Caroline Braido. – Piracicaba, SP  
: [s.n.], 2019.

Orientador: Kamila Rosamília Kantovitz.

Coorientador: Kelly Maria Silva Moreira.

Trabalho de Conclusão de Curso (graduação) – Universidade Estadual de  
Campinas, Faculdade de Odontologia de Piracicaba.

1. Cimentos de ionômeros de vidro. 2. Nanotecnologia. 3. Titânio. I. Kantovitz,  
Kamila Rosamília, 1975-. II. Moreira, Kelly Maria Silva, 1984-. III. Universidade  
Estadual de Campinas. Faculdade de Odontologia de Piracicaba. IV. Título.

Informações adicionais, complementares

**Título em outro idioma:** Nanotechnology applied to conventional glass ionomer cement:  
evaluation of setting reaction and loss of gloss

**Palavras-chave em inglês:**

Glass ionomer cements

Nanotechnology

Titanium

**Área de concentração:** Odontopediatria

**Titulação:** Cirurgião-Dentista

**Data de entrega do trabalho definitivo:** 01-10-2019

## DEDICATÓRIA

Dedico esse trabalho à minha família, em especial aos meus pais, *Mauricio Braido* e *Maria Cristina Figueira Braido* meus maiores exemplos de persistência, dedicação e profissionalismo, e à minha avó *Benedita Andrade Figueira* que sempre cuidou de mim e me apoio em todos os momentos.

## AGRADECIMENTOS

Aos meus pais, a quem devo minha eterna gratidão por acreditaram em mim, e me apoiarem e por toda essa trajetória.

Agradeço à minha orientadora, *Profa. Dra. Kamila Rosamília Kantovitz* pelo conhecimento e oportunidade de trabalhar neste projeto.

À *Kelly Maria Silva Moreira* e ao *Isaac Jordão de Souza Araújo*, doutorandos das áreas de Odontopediatria e materiais dentários, respectivamente, pela contribuição, paciência, e ajuda neste estudo.

Ao Departamento de Materiais Dentários, da Faculdade de Odontologia de Piracicaba (FOP/UNICAMP) que gentilmente nos acolheu no laboratório de ensaios de materiais dentários onde foi realizado os experimentos na sala de controle de temperatura e umidade.

Ao *Prof. Dr. Paulo Noronha Lisboa-Filho*, do Departamento de Física, da Faculdade de Ciências da Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita (UNESP), campus da cidade de Bauru, pela parceria em enviar os nanotubos de dióxido de titânio.

Ao Conselho Nacional de Pesquisa de Desenvolvimento Científico e tecnológico (CNPq – PIBIC) pela concessão da bolsa de estudo para realização deste trabalho.

À Fundação de Amparo a Pesquisa do Estado de São Paulo - FAPESP (#ARP 2016/13786-0) pelo auxílio na aquisição dos materiais para realização deste estudo.

## RESUMO

Este estudo *in vitro* objetivou investigar a influência da incorporação de diferentes concentrações de nanotubos de dióxido de titânio (n-TiO<sub>2</sub>) nas propriedades físicas do cimento de ionômero de vidro (CIV). Ao Ketac Molar EasyMix foi incorporado concentrações de n-TiO<sub>2</sub> (0%, 3%; 5%; 7% em peso), sintetizados pelo método alcalino (~ 20 nm de tamanho e ~ 10nm de diâmetro). O tempo de reação de presa inicial e final foi avaliado após 90 s da aglutinação usando as agulhas maior e menor calibre de Gillmore, respectivamente (n=12). O tempo da perda de brilho foi calculado com o auxílio de um relógio digital (TIMEX). As avaliações foram realizadas seguindo as especificações da ISO 9917-1 e o experimento foi repetido por duas vezes. Os dados foram submetidos a ANOVA e teste de Tukey ( $\alpha=0,05$ ). O CIV contendo 7% de n-TiO<sub>2</sub> exibiu o valor mais elevado de tempo de presa inicial ( $328 \pm 20$  s), diferindo estatisticamente do grupo controle ( $188 \pm 9$  s), do grupo contendo 3% de n-TiO<sub>2</sub> ( $245 \pm 30$  s), e de 5 de n-TiO<sub>2</sub> ( $245 \pm 1$  s) ( $p<0,01$ ). Para o tempo de presa final e perda de brilho não houve diferença significativa entre os grupos com e sem a presença de n-TiO<sub>2</sub> ( $p\geq 0,05$ ). Pode-se concluir que a incorporação na concentração de 7% de n-TiO<sub>2</sub> ao CIV alterou a velocidade de presa inicial do cimento, entretanto concentrações mais baixas mantem o tempo de presa inicial do produto sem a adição de n-TiO<sub>2</sub>. A velocidade da presa final e a perda de brilho não se alteram pela incorporação da nanotecnologia.

**Palavras-chave:** Cimentos de ionômero de vidro. Nanotecnologia. Titânio.

## ABSTRACT

The aim of this *in vitro* study was investigate the performance of the glass ionomer cement (GIC) incorporated with titanium dioxide nanotube (n-TiO<sub>2</sub>). n-TiO<sub>2</sub> (0%, 3%; 5%; 7% by weight) synthesized by the alkaline method (~ 20 nm of length and ~ 10 nm of diameter) were incorporated into GIC (Ketac Molar EasyMix™) powder component. Physical analysis included initial and final setting times, and brightness of cement. Setting times of experimental groups were evaluated using Gilmore needles after 90 s of agglutination using from large to small needles, respectively (n= 12). The brightness loss time was calculated with a digital clock (TIMEX). The evaluations were performed following the specifications of ISO 9917-1 and the experiment was repeated twice. Data were submitted to ANOVA and Tukey test ( $\alpha = 0.05$ ). The GIC containing 7% n-TiO<sub>2</sub> exhibited the highest initial chemical setting time (328 SD 20 s), differing statistically from the control group (188 SD 9 s) and the group containing 3% n-TiO<sub>2</sub> (245 SD 30 s) and 5% n-TiO<sub>2</sub> (245 SD 1 s) ( $p < 0.01$ ). For the final chemical setting time and brightness loss there was no significant difference between groups with and without TiO<sub>2</sub> nanotubes ( $p \geq 0.05$ ). In conclusion, 7% n-TiO<sub>2</sub> into GIC altered the initial chemical setting time, however lower concentrations maintain the initial chemical setting time of the product without nanotechnology. Final chemical setting time and brightness loss do not change by incorporating nanotechnology.

**Key words:** Glass ionomer cements. Nanotechnology. Titanium.

## SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	9
2 REVISÃO DA LITERATURA	11
3 PROPOSIÇÃO	16
4 MATERIAL E MÉTODOS	17
4.1 Delineamento Experimental	17
4.2 Obtenção dos nanotubos de Dióxido de Titânio	17
4.3 Preparo do cimento de ionômero de vidro experimental	17
4.4 Confeção dos corpos de prova (cpd)	18
4.5 Avaliação da propriedade física	19
4.6 Análise estatística	20
5 RESULTADOS	21
6 DISCUSSÃO	22
7 CONCLUSÃO	25
REFERÊNCIAS	26
ANEXOS	29
Anexo 1 – Verificação de originalidade e prevenção de plágio	29
Anexo 2 – Iniciação Científica	30

## 1 INTRODUÇÃO

O cimento de ionômero de vidro (CIV) é empregado na área odontológica há mais de 40 anos, este material é composto por um pó de vidro de fluoro-alumino-silicato de cálcio, e pelo líquido, o ácido poliacrílico (McLean., 1974; Holmgren et al., 2013). O CIV pode ser indicado em casos de tratamento restaurador atraumático, selantes, forramento e cimentação (AAPD, 2004; Frencken, 2014). Por ser um material biocompatível, tem como características principais a adesão aos tecidos dentários, a liberação de flúor e o coeficiente de expansão térmico semelhante ao elemento dental (McLean e Wilson, 1974; Gladys et al., 1997; Wiegand et al., 2007; Markovic et al., 2012). Ainda que a prevenção de lesões de cáries tenham demonstrado uma eficácia com o uso dos CIVs convencionais (Rahimttola e Svan Amerongen, 2002; Wang et al., 2004; Vieira et al., 2006; Cefaly et al., 2007; Zanata et al., 2011; Amorim et al., 2012; Amorim et al., 2014; Frencken, 2014; Mickenautsch, 2015; Mickenautsch e Yengopal, 2016), há uma preocupação com relação a retenção do material restaurador em sua perda parcial ou total, infiltrações marginais e recidiva de cáries (Yip e Smales. 2002; Rahimttola e Svan Amerongen, 2002; Wang et al., 2004; Vieria et al., 2006; Frencken et al., 2007; Zanata et al., 2011; Amorim et al., 2012; Amorim et al., 2014; Frencken, 2014; Mickenautsch, 2015).

Materiais compostos pela nanotecnologia poderiam ser incorporados nos CIVs convencionais com o objetivo de melhorar suas propriedades elétricas, químicas, mecânicas e ópticas, superando suas limitações (Zhang et al., 2005; Beun et al., 2007; de Paula et al., 2011). A sílica, o alumínio e titânio são exemplos de nanopartículas utilizadas com esta finalidade (El-Negoly et al., 2014; Poosti et al., 2013; Zhao e Xie., 2009), sendo o titânio um elemento sem risco de toxicidade, quimicamente estável e aditivo inorgânico. (Yang et al., 2001).

Ainda que existam estudos que comprovem resultados satisfatórios quanto as propriedades dos CIVs convencionais agregados por nanotecnologia (Zhao e Xie., 2009; Elsaka et al., 2011; El-Negoly et al., 2014; Cibim et al., 2017), há poucos relatos sobre a caracterização física de materiais odontológicos ionoméricos incorporados com nanotubos de dióxido de titânio. Deve-se considerar se as nanoestruturas poderiam permear a matriz dos CIVs em formação e interferirem na reação inicial de presa do material, pois esta é uma fase relevante na manutenção de suas propriedades.

Neste contexto, a composição do cimento de ionômero de vidro se dá por um pó constituído por óxido de silício ( $\text{SiO}_2$ ), óxido de alumínio ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) e fluoreto de cálcio ( $\text{CaF}_2$ ) (Baratieri et al., 1986). Em menores quantidades, também pode ser encontrado neste

produto elementos como o magnésio e o sódio (Carvalho, 1998). O frasco do líquido do CIV contém um ácido polialcenóico, composto pelos ácidos poliacrílicos e polimaléico. A adição do ácido tartárico tem a intenção de prolongar o tempo de trabalho do CIV (Nicholson et al., 1998), enquanto que a incorporação do ácido itacônico impede ou retarda a reação química dos ácidos no processo de armazenamento do material (Nicholson, 1998).

A reação de presa dos CIVs convencionais ocorre em três estágios. A primeira fase inicia-se na aglutinação do pó com o líquido levando ao deslocamento de íons, representada pelo momento em que os ácidos umedecem a camada mais periférica das partículas de vidro presentes no pó. Íons de cálcio e alumínio deslocados pelo hidrogênio, reagem com o flúor formando fluoretos de cálcio e de alumínio. Dependendo da acidez do meio fluoreto de cálcio pode reagir com os polímeros acrílicos resultando em complexos estáveis. A aplicação do material deve ser realizada nessa fase, enquanto o mesmo ainda se apresenta com brilho, ou seja, com a presença de grupos carboxílicos livres para que consiga se unir ao dente. A perda de brilho do material indica o término do tempo de trabalho, ou seja, após a perda do brilho, se o material ainda não foi levado à cavidade, deve ser desprezado e outra dosagem e manipulação devem ser realizadas, ressaltando que a reação de presa continua mesmo após a perda de brilho (Bussadori et al., 2003). A segunda etapa da reação inicia-se em cerca de 5 a 10 minutos após a espatulação e é caracterizada pela formação de uma matriz de gel de poliácidos, na qual o cálcio carregado positivamente reage com poliácidos ligados negativamente, resultando na formação de ligações iônicas de poliacrilato de cálcio. Ao atingir esse estágio, após um certo tempo, o CIV endurece. A terceira e última fase dessa reação é a formação do gel de sílica incorporado do vidro à matriz, este processo se dá nas primeiras 24 horas, sendo possível notar quando o material atingir sua fase final de endurecimento, uma expansão da umidade. (Bussadori et al., 2003).

Perante a complexidade da reação de presa dos CIVs e a necessidade de não a desfavorecer, torna-se necessária a caracterização desses novos materiais e, sendo assim, a hipótese deste estudo é que CIVs contendo nanotubos de  $\text{TiO}_2$  aprimoram suas propriedades físicas, influenciando positivamente a interação entre nanoestrutura e a matriz do material ionomérico, possibilitando uma inovação tecnológica na fabricação de futuros produtos odontológicos. Sendo assim, afirma-se a hipótese que a incorporação de diferentes concentrações de nanotubos de  $\text{TiO}_2$  influencia positivamente as propriedades físicas do cimento de ionômero de vidro (CIV) convencional.

## 2 REVISÃO DA LITERATURA

### 2.1 Cimento de ionômero de vidro

Segundo Vieira et al., (2006) a criação do CIV se deu por volta da década de 70, a partir do desenvolvimento do cimento de silicato. Inicialmente este material foi utilizado em pequenas restaurações, e mais tarde, passou a ser empregado uma alternativa para cimentação de próteses, base cavitária, forramento e selante dentinário. Originalmente este material era difícil de manusear, exibia baixa resistência ao desgaste e era quebradiço (AAPD, 2004). Vieira et al.; (2006), afirmam também que avanços na formulação do CIV convencional trouxe melhorias como a liberação de flúor na cavidade oral, adesão química ao dente, biocompatibilidade, podendo ser utilizado em amplas situações odontológicas.

Pinheiro et al., (2016) descrevem que a composição básica do CIV é de aproximadamente 29% de óxido de silício, 16,6% de óxido de alumínio, 34% de fluoreto de cálcio, 7% de fluoreto de alumínio 3% de fluoreto de sódio e 9,8% de fosfato de alumínio. O líquido é uma solução aquosa com 45% de água, 30% de ácido poliacrílico, 10% de ácido tartárico e 15% de ácido itacônico. Pó e líquido quando misturados resultam em uma reação ácido-base formando um sal hidratado, capaz de agir como um ligante entre as partículas de vidro.

A reação de presa dos CIVs convencionais, é descrita por Vieira et al., (2006) como a reação entre o íon hidrogênio com às partículas de vidro, ocorrendo liberação dos íons alumínio e cálcio fazendo com que estes migrem para a fase aquosa do material. Uma matriz de gel é formada pelo poliacrilato de cálcio resultante da reação das cadeias aniônicas do poliácido com o cálcio. A porção mais periférica das partículas de vidro interagem com o ácido e formam um gel, enquanto que as porções que não foram reagidas transformam-se em carga da matriz de gel de polissais. Com isto, o material tem o seu endurecimento, e lentamente alumínio será liberado formando poliacrilato de alumínio, que tem como função a maturação da matriz.

Ainda de acordo com Vieira et al., (2006) dentre as propriedades deste material que os tornam favoráveis em situações odontológicas podem ser citados: a ligação química ao esmalte e dentina; expansão térmica semelhante ao elemento dental; biocompatibilidade; captação de flúor (de dentifrícios, enxaguatórios bucais e aplicações tópicas); liberação de flúor e diminuição da sensibilidade à umidade quando comparada às resinas (Guidelines AAPD, 2004). Devido ao índice de expansão térmica ser semelhante ao dente, e este material não possuir contração de polimerização no momento da presa, o índice de infiltração marginal do CIV é menor. Este material deve ser inserido em um único

incremento, o que diminuí o tempo clínico e melhora a qualidade do tratamento (Vieira et al., 2006).

Para Vieira et al., (2006) e de Amorim et al., (2018) o CIV apresenta algumas limitações como sua resistência adesiva considerada baixa, principalmente comparada às resinas compostas. Este material sofre o processo de sinérese e embebição para o meio externo após ser introduzido na cavidade bucal, pois no momento em que ocorre a reação de presa do cimento, pode haver desidratação ou a captação de água da saliva, e diante disto, é necessário uma proteção superficial após sua aplicação, como por exemplo, a vaselina. Ainda, ao ser utilizado em estudos clínicos em regiões de maior esforço mastigatório verificou excessivo desgaste e fratura do material restaurador (de Amorim et al., 2018).

Pinheiro et al., (2016) relatam que os avanços encontrados na literatura sobre este material restaurador, estão relacionados aos problemas em suas propriedades, como a cor, que pode ser considerada insatisfatória quando comparada ao dente, o desgaste superficial e a sensibilidade do CIV em relação ao meio ácido.

## **2.2 Nanotecnologia**

Khademolhosseini et al., (2012) citam que devido às limitações do CIV, esforços notáveis foram feitos para melhorias e aprimoramentos das propriedades físicas e mecânicas desse material como a adição de ligas de amálgama e aço inoxidável, além de diferentes cargas de prata, carbono e fibras de alumino-silicato e a incorporação de hidroxiapatita foram levadas em consideração para superar as desvantagens. Mais recentemente estudos foram feitos com a introdução de nanopartículas de dióxido de titânio, hidroxiapatita, fluoroapatita na matriz CIV visando melhores resultados em sua resistência mecânica.

Segundo de Paula., (2011) a nanotecnologia pode ser considerada como a área que produz e manipula materiais e estruturas, através de métodos físicos ou químicos, e que abrangem o tamanho na faixa de 1 a 100 nanômetros. Seu uso visa melhores resultados em propriedades elétrica, química, ópticas dos materiais (de Paula et al; 2011). Devido às partículas possuírem uma pequena dimensão e uma ampla distribuição de tamanhos, pode ser aumentada a carga resultando em melhorias como resistência à tração, à compressão e à fratura. Entretanto, o fato de as partículas de carga possuírem um pequeno tamanho, propriedades ópticas dos compósitos podem ser melhoradas, pois seu diâmetro é uma fração do comprimento de onda da luz visível (0,4-0,8 m), resultando na

incapacidade do olho humano em detectá-los. Além disso, a taxa de desgaste é diminuída e o brilho a retenção é melhor.

De acordo com Zhao e Xie., (2009) dentre as nanopartículas a sílica, alumina e titânio têm sido utilizados com sucesso em pesquisas buscando aperfeiçoar a resistência ao desgaste e as forças mecânicas. Para Cibim et al., (2017) o  $\text{TiO}_2$  têm sido estudado devido a sua estabilidade química, não toxicidade, biocompatibilidade e bons resultados em propriedades mecânicas de compósitos e materiais híbridos. Arruda et al., (2015) afirma que quando as partículas de  $\text{TiO}_2$  apresentam-se menores que 50 nanômetros este material demonstra-se multifuncional e eficaz.

Arruda et al., (2015) ainda afirma que a síntese de nanotubos de  $\text{TiO}_2$  pode ser realizada por três principais métodos: oxidação anódica assistida por moldes e soluções alcalinas hidrotérmica. A formação nanotubos de  $\text{TiO}_2$  ocorre a partir da ondulação de folhas do dióxido de titânio durante a fase alcalina.

Vimbela et al., (2017) afirmam que nano- $\text{TiO}_2$  pode ser encontrado em três estruturas cristalinas: a anatase, brookite e rutilo. Dentre estas, a anatase apresenta a maior atividade antibacteriana. Sob temperaturas de  $600^\circ\text{C}$  a  $700^\circ\text{C}$ , estruturas de anatase produzem  $\text{OH}^\cdot$  em uma reação fotocatalítica, capaz de perfurar a parede bacteriana e matá-las. O titânio têm sido um nanomaterial promissor nas indústrias para uma redução no crescimento de bactérias e no campo médico para a diminuição em infecções.

### **2.3 CIV e Nanotecnologia**

Zhao e Xie., (2009) incorporaram nanopartículas esféricas em um CIV convencional mostrando que estas (modificada em nano, micro ou superfície) aumentaram a resistência ao atrito em aproximadamente 50%, porém diminuíram a resistência à abrasão. A incorporação de 13% das nanopartículas esféricas de sílica melhoraram efetivamente a resistência ao atrito e dureza superficial do cimento.

Para Ana et al., (2003) a inclusão de vidros bioativos no ionômero de vidro modificado por resina buscou superar as limitações mecânicas do CIV, resultando em maior resistência mecânica e resistência em desintegração. Os cimentos modificados por resinas contendo 33% em peso de vidros bioativos não obtiveram diferenças no tempo de presa enquanto que os contendo 50% de vidros bioativos foram observadas diferenças significativas (tempo de presa foi prologado ou encurtado dependendo do tipo de vidro bioativo incorporado).

Dickey et al; (2016) avaliaram o impacto do germânio na reação de presa dos CIVs de silicato de zinco. Cinco composições do pó de vidro de <45m foram sintetizadas, resultando que os CIVs contendo germânio revelaram um atraso no tempo da reação de presa inicial.

Prentice et al., (2006) adicionaram partículas nano de trifluoreto de itérbio (YbF<sub>3</sub>) e sulfato de bário (BaSO<sub>4</sub>) em um CIV convencional nas concentrações 1, 2, 5, 10, 15 e 25% em peso. Os tempos de trabalho e presa inicial foram diminuídos com a adição de YbF<sub>3</sub>. A adição de BaSO<sub>4</sub> em baixas concentrações reduziu os tempos de trabalho e de presa inicial, entretanto, a adição das nanopartículas em altas concentrações aumentou o tempo de trabalho. Neste trabalho concluiu-se que ao alterar a proporção do pó do ionomero altera-se o tempo da reação de presa, uma vez que houve redução na proporção do pó do ionômero convencional diluindo das nanopartículas de TiO<sub>2</sub>.

De Paula et al., (2011) avaliaram a degradação biomecânica de dois nanomateriais restauradores, Ketac N100 que é um CIV modificado com resina e um composto, o Filtek Z350, em comparação com materiais convencionais (Vitremer e TPH Spectrum). O composto Filtek Z350 exibiu a melhor resistência à abrasão por escovação, enquanto que o Ketac N100 resultou em uma fragilidade a biodegradação devido a sua matriz mais externa ser frágil sob este processo, sugerindo a necessidade de procedimentos de acabamento e polimento após o tratamento de restauração. O material Vitremer apresentou uma resistência satisfatória à biodegradação, mas a exposição de suas partículas após abrasão promoveu os maiores valores de rugosidade. Neste estudo demonstrou-se que a nanotecnologia incorporada nestes materiais foi importante para a resistência superior à degradação biomecânica.

El Negoly et al., (2014) observaram o efeito da adição de nanopartículas de TiO<sub>2</sub> nas propriedades mecanométricas dos materiais restauradores baseados em CIV convencional. Os dados do estudo mostraram um aumento significativo na resistência à compressão deste material após a incorporação de 3% e 5% de nanopartículas de TiO<sub>2</sub> em peso, enquanto que 7% diminuíram. Houve também um aumento significativo nos valores de resistência à flexão após a adição das nanopartículas de TiO<sub>2</sub>.

Khademolhosseini et al., (2012) relatam que partículas nano de titânio e alumínio foram utilizadas como material de reforço ao CIV comercial nas concentrações de 1% a 10% de titânio em peso. Resultados demonstraram que as propriedades mecânicas são potencializadas conforme a quantidade de nanopartículas de TiO<sub>2</sub> até 5% em peso. Essas nanopartículas são capazes de melhoria significativa nas propriedades mecânicas do CIV convencional, bem como a biocompatibilidade e propriedades estéticas.

Ao suplementar CIV convencional com nanopartículas de  $\text{TiO}_2$  de <25 nm em concentrações de 3% e 5% em peso, na análise de Garcias Contreras et al., (2015) estes CIVs demonstraram ser um material promissor pois apresentaram um aumento na resistência à flexão, resistência à compressão, redução da atividade microbiana comparado do cimento convencional.

Assim como Cibim et al., (2017) estudaram o desempenho do CIV adicionando a nanotubos de 20nm de comprimento e 10nm de diâmetro, nas concentrações de 3%, 5%, 7% em peso de  $\text{TiO}_2$  ao componente em pó do ionômero convencional Ketac Molar EasyMix. Na análise físico-química biológica incluindo espectroscopia de energia dispersiva (EDS), rugosidade de superfície (SR), dureza Knoop (SH), análise de liberação de flúor, citotoxicidade, morfologia celular e composição da matriz extracelular revelou que grupos com 5% de  $\text{TiO}_2$  obtiveram melhorias nas propriedades físico-químicas comparadas ao grupo 3%, enquanto que na espectroscopia de energia dispersiva e rugosidade de superfície não houve efeitos significativos em qualquer concentração de  $\text{TiO}_2$  adicionada. Quanto ao grupo 7% de  $\text{TiO}_2$  apresentou-se valores de dureza Knoop diminuídos. A liberação de flúor resultou em maior tempo para grupos contendo 5% e 7%, enquanto que a morfologia celular e composição de matriz extracelular foi afetado positivamente pela concentração de 5% de  $\text{TiO}_2$ .

Elsaka et al., (2011) também estudaram sobre as nanopartículas nas concentrações de 3%, 5% e 7% em peso ao CIV convencional avaliando as propriedades físicas e antibacterianas. Neste estudo contou também com uma análise nas modificações no tempo de presa do material ionomérico após a incorporação das nanopartículas de  $\text{TiO}_2$ , concluindo-se que o tempo de presa para os grupos com as nanopartículas de  $\text{TiO}_2$  diminuiu conforme o aumento das concentrações de nanopartículas, porém os valores ainda se mantiveram dentro dos limites de recomendação ISO.

### 3 PROPOSIÇÃO

O presente estudo *in vitro* investigará a possíveis melhorias na reação de presa inicial (tempo de geleificação) e perda de brilho (início da reação de presa final) do cimento de ionômero de vidro após a incorporação de diferentes concentrações de nanotubos de  $\text{TiO}_2$  (n- $\text{TiO}_2$ ) nas propriedades físicas do cimento de ionômero de vidro (CIV) convencional.

## 4 MATERIAL E MÉTODOS

### 4.1 Delineamento experimental

O CIV convencional utilizado foi o Ketac Molar Easymix™ (3M/ESPE, Maplewood, Minnesota, USA. Composto por: água, ácido tartárico, copolímero de ácido acrílico e ácido maleico, na cor A3. Lotes: 642344, 632442, 659013, 656075). As amostras CIV foram distribuídas aleatoriamente em quatro grupos experimentais com base nos níveis de concentração de n-TiO<sub>2</sub>: Ketac Molar (KM) = Controle; KM + 3% n-TiO<sub>2</sub>; KM + 5% de n-TiO<sub>2</sub> e KM + 7% de n-TiO<sub>2</sub> em peso (n = 12).

### 4.2 Obtenção dos nanotubos de Dióxido de Titânio (n-TiO<sub>2</sub>)

Os n-TiO<sub>2</sub> (diâmetro ~ 10 nm e tamanho ~ 20 nm) foram formados por uma única folha do material enrolada em espiral, os quais foram sintetizados pelo método alcalino (Arruda et al., 2015), no Laboratório de Materiais Avançados, do Departamento de Física, da Faculdade de Ciências da Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho. O preparo dos nanotubos foi iniciado misturando 12 g de TiO<sub>2</sub> na forma anatase (Aldrich, 99%) em 200 mL de NaOH 10 M. Esta mistura foi mantida em recipiente aberto de Teflon e banho de glicerina a 120°C durante 24 h. As sínteses foram realizadas à pressão ambiente, onde apenas os reagentes precursores foram submetidos a tratamento alcalino. Após o tratamento alcalino, lavou-se esta mistura com ácido clorídrico 0,1 M e água deionizada, repetidamente, para remover os íons de sódio e o pH da solução ser ajustado para 7. Finalmente, os materiais obtidos foram secos em forno convencional a 200°C durante 24 h, em atmosfera de ar (Arruda et al., 2015). A aquisição dos nanotubos foi decorrente de parceria firmada com o colaborador deste projeto Prof. Dr. Paulo Noronha Lisboa-Filho (UNESP/Bauru).

### 4.3 Preparo do cimento de ionômero de vidro experimental

Nanotubos de TiO<sub>2</sub> foram pesados em balança de precisão 0,0001 g (Engenharia BEL; Monza, Milão, Itália) e adicionados manualmente ao pó CIV [Ketac Molar Easymix® - cor A3; Pó: vidro de fluorsilicato de Al-Ca-La, ácido copolímero a 5% (ácido acrílico e ácido maleico) (15 g); Líquido: ácido polialquenóico, ácido tartárico, água (10 g)] (3M/ESPE, Maplewood, Minnesota, EUA) nas concentrações de 3, 5 e 7% em peso antes da aglutinação. Essas concentrações foram baseadas nas análises de Elsaka et al. (2011), El-Negory et al., (2014) e Cibim et al., (2017) que verificaram melhoria nas propriedades

mecânicas e biológicas nas concentrações de 5 e 7% de  $\text{TiO}_2$  e interferência positiva na microdureza superficial e a liberação de flúor nos ionômeros na presença de 5% de  $\text{TiO}_2$  (Cibim et al., 2017). Para o processo de homogeneização dos nanotubos  $\text{TiO}_2$  ao CIV foi utilizado método manual por meio de vortexadora QL-901 (Biomixer, Taft, CA, EUA) durante 2 minutos (Cibim et al., 2017). A não utilização do vórtex por esse período dificultava a aglutinação do pó ao líquido (ácido poliacrílico) e, conseqüentemente, não possibilitava a proporção pó-líquido (1:1) recomendada pelo fabricante. Os materiais (controle e experimental) foram mantidos em ambiente seco e na ausência de luz até a sua utilização.



Figura 1 - Ionômero de vidro convencional – Ketac Molar Easy Mix (KM) **(A)**; Pó de CIV e  $n\text{-TiO}_2$  antes da mistura manual; **(B)** Balança de precisão para pesar as diferentes concentrações de  $n\text{-TiO}_2$  (3%; 5%; 7% em peso) **(C)**.

#### 4.4 Confeção dos corpos-de-prova (cdp)

Para efetuação deste estudo foi realizado a padronização do peso do pó e do líquido (ácido poliacrílico) para todos os grupos experimentais (KM, 3%, 5% e 7% de  $n\text{-TiO}_2$  em peso) obtendo-se os valores máximos e mínimos que poderiam ser trabalhados em cada manipulação. Para isto, foi seguindo a especificação da ISO #7489 e pesagem dos materiais na balança de precisão 0,0001 g (Engenharia BEL; Monza, Milão, Itália) com  $n=12$ . A partir dos resultados foi feito a análise da média e do desvio padrão, determinando então os valores limites trabalhados no experimento para cada grupo.

A princípio a padronização do peso da gota do líquido seria como descrito acima, porém, ao realizar os primeiros experimentos observou-se que o material manipulado apresentava-se muito fluído, principalmente o ionômero de vidro sem  $n\text{-TiO}_2$ , desta forma foi necessário decrescer 0,01g do valor inicial do peso do líquido em balança de precisão 0,0001 g (Engenharia BEL; Monza, Milão, Itália) e ao mesmo tempo ir testando a espatulação do ionômero em todas as concentrações com e sem  $n\text{-TiO}_2$  com a redução

feita, até atingir um valor de peso da gota do líquido de 0,08 g a 0,09 g que permitia a consistência correta do material.

Após padronização do líquido (gota) e da porção do pó do ionômero de vidro com e sem n-TiO<sub>2</sub>, iniciou-se os experimentos para a avaliação do tempo de presa e perda do brilho.

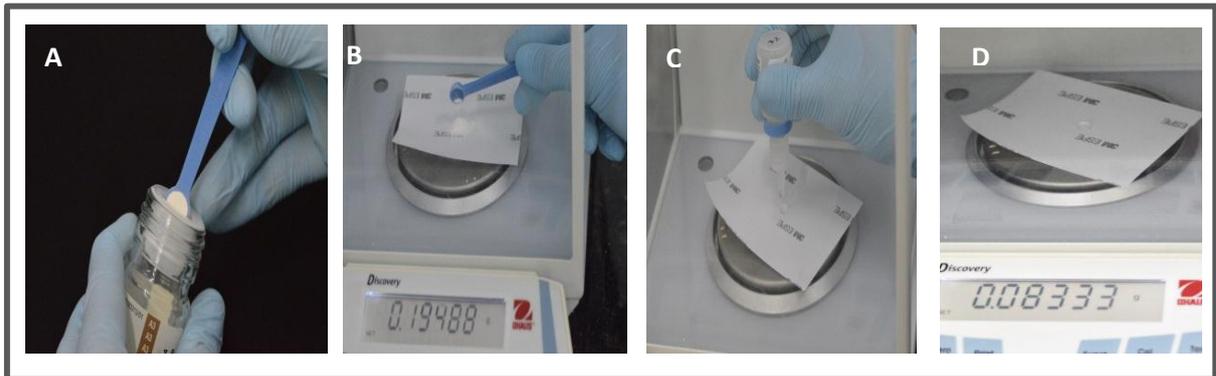


Figura 2 - Padronização do pó do CIV em balança de precisão 0,0001 g (Engenharia BEL; Monza, Milão, Itália) **(A)** e **(B)**, Padronização do líquido (ácido poliacrílico) **(C)** e **(D)** em balança de precisão 0,0001 g (Engenharia BEL; Monza, Milão, Itália).

#### 4.5 Avaliação da Propriedade Física

A análise do tempo da reação de presa foi realizada em cada cdp de cada grupo experimental. Os experimentos foram executados, a temperatura de (23°C ± 1°C) e umidade de 50%. Para esta padronização foi utilizado a sala de controle de temperatura e umidade do laboratório de Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba-UNICAMP.

A manipulação do material foi executada por 1 minuto de acordo com a instrução do fabricante, com espátula metálica sobre bloco de papel impermeável. A metodologia do experimento foi feita seguindo a especificação da ISO 9917-1. Após a aglutinação do material, aguardou-se 90 s para o início das medidas com as agulhas Gillmore. Primeiramente, foi utilizado a agulha de Gillmore de maior calibre, em intervalos de 30 s, seguida das mensurações com a agulha menor calibre, também em intervalos de 30 s. O momento de troca da agulha foi determinado quando a agulha de maior calibre não promovia a marcas da sua circunferência total no CIV. Este momento foi considerado o tempo de presa inicial do material. O tempo de presa final foi considerado quando a agulha de Gillmore de menor calibre não marcava a sua circunferência no material.

A análise de perda do brilho do CIV foi realizada manipulando o material segundo a instrução do fabricante. Diante disto, foi cronometrado o tempo decorrido desde o início da aglutinação da primeira metade do pó até o momento em que na superfície do material há um aparecimento do efeito fosco (Pinheiro *et al.*,2016). Deste modo, a perda de brilho do material foi observada com auxílio de um digital TIMEX (Bussadori *et al.*, 2003).

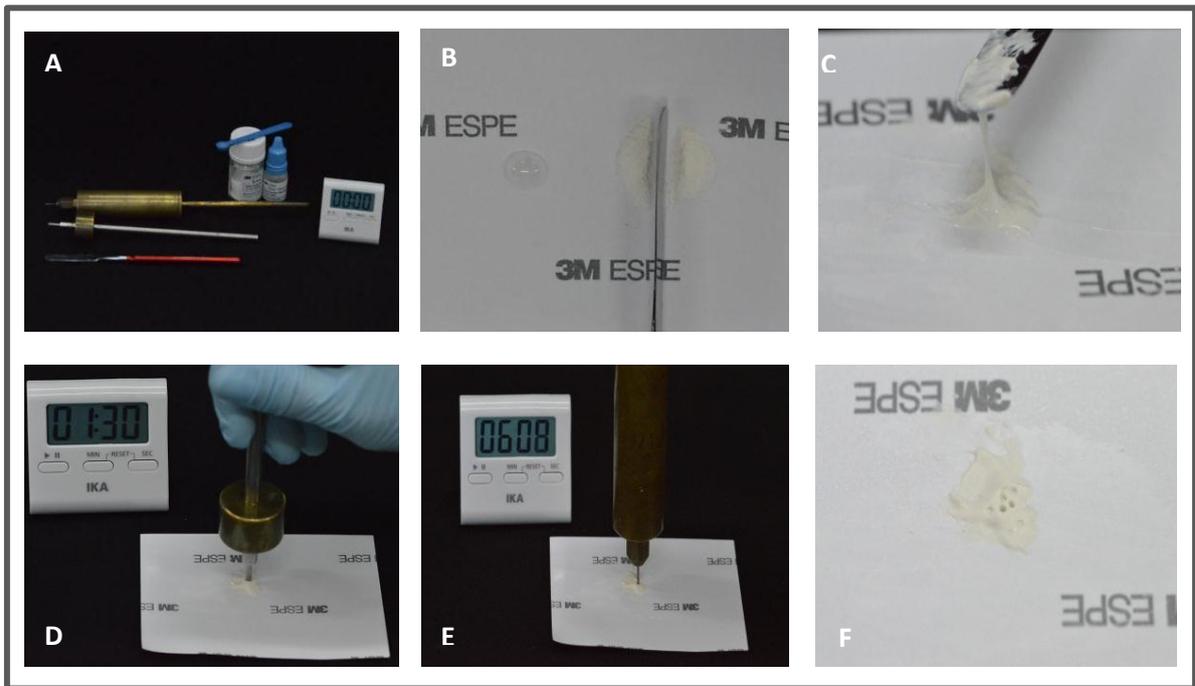


Figura 3 - Mesa laboratorial (A); Aglutinação do pó CIV e líquido em papel impermeável com espátula #24 (B); Aglutinação após 90 segundos (C); Agulha Gillmore de maior calibre em intervalos de 30 segundos (D); Agulha Gillmore de menor calibre em intervalos de 30 segundos (E); Marcações das circunferências das agulhas Gillmore e avaliação da perda do brilho (F).

#### 4.6 Análise estatística

Os dados foram testados quanto à sua normalidade de distribuição pelo teste de Shapiro-Wilk e submetidos aos testes estatísticos apropriados para cada situação, considerando nível de significância de 5%.

## 5 RESULTADOS

Os valores de médias e desvio padrão (DP) em segundos (s) dos tempos de presa inicial, final e perda de brilho apresentam-se na Tabela 1. KM contendo 7 % de TiO<sub>2</sub> exibiu o valor mais elevado de tempo diferindo estatisticamente dos grupos controle (KM) e do grupo contendo 3% de TiO<sub>2</sub> ( $p < 0,01$ ) (Tabela 1). Para as variáveis tempo de presa final e perda de brilho não houve diferença significativa entre os grupos com e sem a presença de nanotubos de TiO<sub>2</sub> ( $p \geq 0,05$ ) (Tabela 1).

Tabela 1 - Média e Desvio padrão do tempo de presa inicial (s), tempo de presa final (s) e perda de brilho (s).

Grupos experimentais	Tempo de presa inicial	Tempo de presa final	Perda do brilho
KM (controle)	334,25 (7,47) B	400,83 (12,19) A	322,25 (7,48) A
KM + 3% TiO <sub>2</sub>	331,75 (7,23) B	394,5 (11,61) A	322,25 (7,48) A
KM + 5% TiO <sub>2</sub>	335,75 (10,26) AB	395 (11,10) A	319,91 (7,06) A
KM + 7% TiO <sub>2</sub>	344,16 (6,84) A	400,16 (7,46) A	326,41 (7,58) A

Legenda: Letras diferentes indicam diferença estatística significativa pelo teste de ANOVA e Tukey teste. Maiúsculas na vertical ( $p < 0,05$ ).

KM=Ketac Molar EasyMix; TiO<sub>2</sub>=dióxido de titânio.

## 6 DISCUSSÃO

Um material odontológico restaurador tem como objetivo devolver à estética e a função mastigatória dos elementos dentais. O CIV é empregado na área odontológica em tratamento restaurador minimamente invasivo, por apresentar biocompatibilidade ao tecidos dental (Frencken et al., 1999), captar e liberar flúor, ligar-se quimicamente ao esmalte e dentina (Vieira et al., 2006), entretanto este material sofre algumas limitações como sua resistência adesiva considerada baixa (Vieira et al., 2006), infiltrações marginais e até mesmo a fratura do material restaurador (Yip & Smales, 2002; Rahimttola & Svan Amerongen, 2002; Wang et al., 2004; Frencken et al., 2007; Zanata et al., 2011; Amorim et al., 2012; Amorim et al., 2014; Frencken, 2014; Mickenautsch, 2015)

Estudos têm incorporado nanopartículas ao CIV convencional visando melhorias nas propriedades mecânicas, ópticas e físicas (Beun et al., 2007; Zhang et al., 2005; de Paula et al., 2011). O titânio é uma das nanoestruturas capazes de possuir estabilidade química e não toxicidade (Cibim et al., 2017). Entretanto, é crucial que a inclusão dessas nanoestruturas não desfavoreça as propriedades do CIV (Elsaka et al., 2011).

Um dos maiores obstáculos na prática de trabalho com este material é o processo de sinérese e embebição dentro da cavidade bucal, pois aqueles cimentos que possuem seu tempo presa maior expõem-se aos efeitos deletérios da contaminação por umidade (Baig e Fleming, 2015). Essa limitação pode contribuir para a proliferação bacteriana e a falha da restauração (Cibim et al., 2017). Com relação ao brilho do material, se após a sua perda ele ainda não foi levado à cavidade, este deve ser desprezado e então realizada uma nova dosagem e manipulação do material (Galan Jr., 1999), pois a aparência fosca indica que existe uma inadequada quantidade de ácido residual livre, e isto é crítico para adesão do material ao dente (Anusavise, 2005).

Neste presente estudo ao adicionarmos nanotubos de dióxido de titânio nas concentrações 3%, 5% e 7% (Elsaka et al., 2011) ao CIV convencional (Ketac Molar) obtivemos como resultados que a adição de 7% n-TiO<sub>2</sub> alterou a velocidade de presa inicial do cimento, apresentando um tempo de presa maior comparado ao grupo 3% TiO<sub>2</sub> e controle. Entretanto as concentrações mais baixas mantem o tempo de presa inicial do produto sem a adição de nanotubos de TiO<sub>2</sub>.

Esse resultado pode ser explicado pela redução na proporção do pó do ionômero causado pela diluição das nanopartículas de TiO<sub>2</sub> (Prentice et al., 2006), pela formação de um complexo químico iônico que retarda o início da geleificação sem impedir que ocorram as ligações cruzadas da matriz do CIV, mantendo suas propriedades

mecânicas (Dickey et al., 2016), e conforme a proporção na concentração de nanopartículas adicionadas ao CIV (Ana et al., 2003). Concordando com os nossos resultados, quando foi incorporado ao CIV convencional nanopartículas de sulfato de bário ( $\text{BaSO}_4$ ) (Prentice et al., 2006), germânio (Dickey et al., 2016) e vidro biotivos (Ana et al., 2003) também se observou que uma alteração na proporção da concentração de partículas ocorre um acréscimo do tempo de presa do material.

Entretanto, Elsaka et al., (2011), ao incorporar diferentes concentrações de  $\text{TiO}_2$  ao CIV, observou diminuição do tempo de presa com o aumento das concentrações de n- $\text{TiO}_2$  em comparação ao CIV convencional. Isto pode ser atribuído a um contato das nanopartículas com a matriz do CIV. O tempo da presa reflete a velocidade de ligação cruzada dos poliácidos por meio da ligação ácido-base com vidro presente no ionômero. Uma vez que ocorre o aumento da concentração de nanotubos de  $\text{TiO}_2$  maior é o número de nanopartículas para reagir com as partículas de vidro e conseqüentemente a velocidade da reação dos poliácidos se torna mais lenta, resultando em um tempo de presa maior. É importante ressaltar que Elsaka e seus colaboradores (2011) não citam o diâmetro utilizado dos nanotubos de  $\text{TiO}_2$  em seu experimento. O tamanho, a distribuição da partícula e a formação das ligações cruzadas durante a reação desempenha um papel importante nas propriedades mecânicas finais do CIV (Khademolhosseini et al., 2012). Assim como, é possível observar na pesquisa de Ercan et al., (2011) que ao utilizar nanomodificação na superfície de titânio em nanotubos com maiores diâmetros (40-80 nm) menos bactérias vivas estavam presentes comparados a nanotubos de 20 nm, afirmando que o tamanho das partículas influenciam no resultado final.

Garcia-Contreras et al., (2015) comprovou que a adição de 3% e 5% de nanopartículas de  $\text{TiO}_2$  reduziu a atividade microbiana e aumentou a resistência à flexão e à compressão comparado do cimento convencional, e ainda Cibim et al., (2017) verificou que a concentração de 5% de  $\text{TiO}_2$  aumentou sua microdureza. Em concentrações maiores de  $\text{TiO}_2$ , como nos grupos de 7%, ocorre uma ligação interfacial insuficiente do ionômero aos nanotubos e isto afeta a dureza do material. Em contraste, em níveis mais baixos de  $\text{TiO}_2$  não afetou estas interações na matriz. O que comprova que menores concentrações além de manter o tempo de presa inicial semelhante ao do CIV convencional, como observado neste estudo, ainda proporciona melhorias nas atividades mecânicas do material.

Para a análise do tempo de presa final e a perda do brilho não apresentou diferença significativa entre os grupos com e sem a presença de n- $\text{TiO}_2$ . A perda do brilho está relacionada com o tempo de trabalho. Conforme descrito na literatura básica de Anusavice, (2005), esta perda ocorre durante a reação de geleificação, e indica uma

redução na presença de poliácidos disponíveis para se ligar às partículas de vidro, isso está relacionado diretamente com os tempos de trabalho e presa do material, uma vez que não houve no presente estudo diferença no tempo presa final os resultados encontrados para perda brilho estão de acordo com o esperado.

Apesar deste estudo ter sido desenvolvido totalmente em método *in vitro* e não simular perfeitamente as condições de um estudo clínico, os resultados obtidos mostram que o material experimental está dentro das recomendações da ISO 9917-1 para todas as análises. O uso de nanotecnologias com o objetivo de melhorias nas propriedades do CIV afim de um bom desempenho na prática clínica é um conceito novo, que tem obtido resultados promissores com relação a melhorias nas características físico-mecânicas deste material. Estudos futuros devem ser considerados para definir melhor os benefícios do uso do  $\text{TiO}_2$  nas propriedades do CIV convencional.

## **7 CONCLUSÃO**

Ao incorporar a concentração de 7% de n-TiO<sub>2</sub> ao CIV conclui-se que houve alteração na velocidade de presa inicial do cimento, entretanto concentrações mais baixas mantem o tempo de presa inicial do produto sem a adição de n-TiO<sub>2</sub>. A velocidade da presa final e a perda de brilho não se alteram pela incorporação da nanotecnologia.

## REFERÊNCIAS\*

1. AAPD-American Academy of Pediatric Dentistry. Clinical guideline on pediatric restorative dentistry. *Pediatr Dent*. 2004;26(7 Suppl):106-14.
2. Ana ID, Matsuya S, Ohta M, Ishikawa K. Effects of added bioactive glass on the setting and mechanical properties of resin-modified glass ionomer cement. *Biomaterials* 2003;24:3061–67.
3. Anusavice KJ e Phillips - *Materiais Dentários*, 11. Ed; Elsevier LTDA, 2005.
4. Arruda LB, Morilla-Santos C, Orlandi MO, Schreiner WH, Lisboa-Filho PN, Lisboa-Filho PN. Formation and evolution of TiO<sub>2</sub> nanotubes in alkaline synthesis. *Ceramics International*. 2015;41:288-91.
5. Baig MS, Fleming GJ. Conventional glass-ionomer materials: A review of the developments in glass powder, polyacid liquid and the strategies of reinforcement. *J Dent* 2015;43:897-912. <https://doi.org/10.1016/j.jdent.2015.04.004>.
6. Baratieri LN, Netto JC, Navaro MFL. Cimentos de ionômero de vidro I composição, reação de presa, tipos e principais características. *OM* 1986;13: 20-5.
7. Beun S, Glorieux T, Devaux J, Vreven J, Leloup G. Characterization of nanofilled compared to universal and microfilled composites. *Dent Mater*. 2007;23(1):51-9.
8. Bussadori SK, Ribeiro PC, dos Santos EM, Raggio DP, Guedes-Pinto AC. Avaliação da reação de presa dos cimentos de ionômero de vidro. *J Bras Odontopediatria Odontol Bebê*. 2003;6(33):405.
9. Carvalho RM. *Revista de dentística restauradora*. Bauru SP: Editora CEOB; 1998.
10. Cefaly DF, Barata TJ, Bresciani E, Fagundes TC, Lauris JR, Navarro MF. Clinical evaluation of multiple-surface ART restorations: 12 month follow-up. *J Dent Child (Chic)*. 2007 Sep-Dec;74(3):203-8.
11. Cibim DD, Saito MT, Giovani PA, Borges AFS, Pecorari VGA, Gomes OP, Lisboa-Filho PN, Nociti-Junior FH, Puppini-Rontani RM, Kantovitz KR. Novel Nanotechnology of TiO<sub>2</sub> Improves Physical-Chemical and Biological Properties of Glass Ionomer Cement. *International Journal of Biomaterials*. 2017, Article ID 7123919.
12. de Amorim RG, Leal SC, Frencken JE. Survival of atraumatic restorative treatment (ART) sealants and restorations: a meta-analysis. *Clin Oral Investig*. 2012;16(2):429-41.
13. de Amorim RG, Leal SC, Mulder J, Creugers NH, Frencken JE. Amalgam and ART restorations in children: a controlled clinical trial. *Clin Oral Investig*. 2014;18(1):117-24.
14. de Amorim RG, Frencken JE, Raggio DP, Chen X, Hu X, Leal SC. Survival percentages of atraumatic restorative treatment (ART) restorations and sealants in posterior teeth: an updated systematic review and meta-analysis. *Clin Oral Investig* 2018;22:2703-25. [doi.org/10.1007/s00784-018-2625-5](https://doi.org/10.1007/s00784-018-2625-5).
15. de Paula AB, Fucio SB, Ambrosano GM, Alonso RC, Sardi JC, Puppini-Rontani RM. Biodegradation and abrasive wear of nano restorative materials. *Oper Dent*. 2011;36(6):670-7.

---

\* De acordo com as normas da UNICAMP/FOP, baseadas na padronização do International Committee of Medical Journal Editors - Vancouver Group. Abreviatura dos periódicos em conformidade com o PubMed.

16. Dickey B., Price R., Boyd D. Evidence of a complex species controlling the setting reaction of glass ionomer cements. *Dental materials* 32 (2016) 596-605.
17. El-Negoly SA, El-Fallal AA, El-Sherbiny IM. A new modification for improving shear bond strength and other mechanical properties of conventional glass-ionomer restorative materials. *J Adhes Dent.* 2014;16(1): 41-7.
18. Elsaka SE, Hamouda IM, Swain MV. Titanium dioxide nanoparticles addition to a conventional glass-ionomer restorative: influence on physical and antibacterial properties. *J Dent.* 2011;39(9):589-98
19. Ercan B., Taylor E., Alpaslan E., Webster TJ. Diameter of titanium nanotubes influences anti-bacterial efficacy. *Nanotechnology* 22 (2011) 295102.
20. Frencken JE. The state-of-the-art of ART restorations. *Dent Update.* 2014;41(3):218-20, 222-4.
21. Frencken JE, Holmgren CJ. Atraumatic restorative treatment for dental caries. STI Book: Nijmegen;1999.
22. Frencken JE, van't Hof MA, Taifour D, Al-Zaher I. Effectiveness of ART and traditional amalgam approach in restoring single-surface cavities in posterior teeth of permanent dentitions in school children after 6.3 years. *Community Dent Oral Epidemiol.* 2007;35(3):207-14.
23. Galan Jr J. *Materiais dentários – o essencial para o estudante e o clínico geral.* São Paulo: Santos; 1999.
24. Garcia-Contreras R, Scougall-Vilchis J, Contreras-Bulnes R, Sakagami H, Morales-Luckie RA, Nakajima H. Mechanical, antibacterial and bond strength properties of nano-titanium-enriched glass ionomer cement. *J Appl Oral Sci.* 2015;23(3):321-8.
25. Gladys S, Van Meerbeek B, Braem M, Lambrechts P, Vanherle G. Comparative physico-mechanical characterization of new hybrid restorative materials with conventional glass-ionomer and resin composite restorative materials. *J Dent Res.* 1997;76(4):883-94.
26. Holmgren CJ, Lo EC, Hu D. Glass ionomer ART sealants in Chinese school children-6-year results. *J Dent.* 2013;41(9):764-70.
27. International Standards Organization. ISO 7489-1986: Dental glass polyalkenoate cements. Geneva: ISO;1986.
28. International Standards Organization. 2007 Dentistry- water based cements. Part 1: powder/liquid. Patent ISO EN 9917-1, 2007.
29. Khademolhosseini MR., Barounian MH. , Eskandari A., M. Aminzare M., Zahedi AM., Ghahremani D. Development of New  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiO}_2$  Reinforced Glass-Ionomer Cements (GICs) Nano-Composites. *J. Basic. Appl. Sci. Res.*, 2(8)7526-7529, 2012.
30. Marković D, Petrović B, Perić T, Blagojević D. Microleakage, adaptation ability and efficacy of two fluoride releasing fissure sealants. *Vojnosanit Pregl.* 2012 Apr;69(4):320-5.
31. McLean JW, Wilson AD. Fissure sealing and filling with an adhesive glass-ionomer cement. *Br Dent J.* 1974 Apr 2;136(7):269-76.

32. Mickenautsch S, Yengopal V. Caries-Preventive Effect of High-Viscosity Glass Ionomer and Resin-Based Fissure Sealants on Permanent Teeth: A Systematic Review of Clinical Trials. *PLoS One*. 2016 Jan;11(1):e0146512.
33. Mickenautsch S. Are high-viscosity glass-ionomer cements inferior to silver amalgam as restorative materials for permanent posterior teeth? A Bayesian analysis. *BMC Oral Health*. 2015 Oct;15(1):118.
34. Nicholson JW. Chemistry of glass-ionomer cements: a review. *Biomater* 1998;19: 485-94.
35. Pinheiro SL, Azenha GR, Provasi S, Boscaroli APT, Villalpando KT. Utilização da fonte de luz como energia catalisadora da presa química inicial dos cimentos ionoméricos convencionais. *Rev. Ciênc. Méd.* 2016;25(1):41-47.
36. Poosti M, Ramazanzadeh B, Zebarjad M, Javadzadeh P, Naderinasab M, Shakeri MT. Shear bond strength and antibacterial effects of orthodontic composite containing TiO<sub>2</sub> nanoparticles. *Eur J Orthod*. 2013;35(5):676-9.
37. Prentice LH, Tyas MJ, Burrow MF. The effect of ytterbium fluoride and barium sulphate nanoparticles on the reactivity and strength of a glass-ionomer cement. *Dental Materials*. 22 (2006) 746–751.
38. Rahimttola S, van Amerongen E. Comparison of two tooth-saving preparation techniques for one-surface cavities. *ASDC J Dent Child*. 2002;69(1):16-26,11.
39. Vieira AL, Zanella NL, Bresciani E, Barata Tde J, da Silva SM, Machado MA, et al. Evaluation of glass ionomer sealants placed according to the ART approach in a community with high caries experience: 1-year follow-up. *J Appl Oral Sci*. 2006 Aug;14(4):270-5.
40. Vieira IM, Louro RL, Atta MT, Navarro MFL, Francisconi PAS. O cimento de ionômero de vidro na odontologia. *Rev. Saúde.com*.2006;2(1):75-84.
41. Vimbela GV, Ngo SM, Frazee C, Yang L, Stout DA. Antibacterial properties and toxicity from metallic nanomaterials. *Int J Nanomedicine* 2017;12:3941-65.
42. Wang L, Lopes LG, Bresciani E, Lauris JR, Mondelli RF, Navarro MF. Evaluation of Class I ART restorations in Brazilian schoolchildren: three-year results. *Spec Care Dentist*. 2004;24(1):28-33.
43. Wiegand A, Buchalla W, Attin T. Review on fluoride-releasing restorative materials— fluoride release and uptake characteristics, antibacterial activity and influence on caries formation. *Dent Mater*. 2007;23(3):343-62.
44. Yang J, Mei S, Ferreira JMF. Hydrothermal synthesis of nanosized titania powders: influence of tetraalkyl ammonium hydroxides on particle characteristics. *J Am Ceram Soc*. 2001;84:1696–1702.
45. Yip HK, Smales RJ. Glass ionomer cements used as fissure sealants with the atraumatic restorative treatment (ART) approach: review of literature. *Int Dent J*. 2002;52(2):67-70.
46. Zanata RL, Fagundes TC, Freitas MC, Lauris JR, Navarro MF. Ten-year survival of ART restorations in permanent posterior teeth. *Clin Oral Investig*. 2011;15(2):265-71.
47. Zhang Y, Lim CT, Ramakrishna S, Huang ZM. Recent development of polymer nanofibers for biomedical and biotechnological applications. *J Mater Sci Mater Med*. 2005;16(10):933-46.
48. Zhao J, Xie D. Effect of Nanoparticles on Wear Resistance and Surface Hardness of a Dental Glass-ionomer Cement. *J Compos Mater*. 2009;43(23):2739-52.

## ANEXOS

## Anexo 1 – Verificação de originalidade e prevenção de plágio

TCC CAROLINE BRAIDO FINAL			
RELATÓRIO DE ORIGINALIDADE			
<b>15%</b>	<b>15%</b>	<b>6%</b>	<b>%</b>
ÍNDICE DE SEMELHANÇA	FONTES DA INTERNET	PUBLICAÇÕES	DOCUMENTOS DOS ALUNOS
FONTES PRIMÁRIAS			
<b>1</b>	<b>repositorio.unicamp.br</b> Fonte da Internet		<b>7%</b>
<b>2</b>	<b>repositorio.unesp.br</b> Fonte da Internet		<b>1%</b>
<b>3</b>	<b>tede2.uepg.br</b> Fonte da Internet		<b>1%</b>
<b>4</b>	<b>www.uesb.br</b> Fonte da Internet		<b>1%</b>
<b>5</b>	<b>bvs.fapesp.br</b> Fonte da Internet		<b>1%</b>
<b>6</b>	<b>www.forp.usp.br</b> Fonte da Internet		<b>&lt;1%</b>

## Anexo 2 – Iniciação Científica

# Relatório Final

Período de envio do Relatório Final: 01/08/2019 - 12/08/2019

Versão enviada em 10/08/2019 10:59:42 [ver relatório](#)

— Parecer do orientador emitido em 11/08/2019 21:06:10

— Parecer do Assessor dado em 29/08/2019 11:44:15

(O parecer a respeito de seu relatório está disponível ao orientador responsável)

● **Aprovado**