



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

**MARCELA OLIVEIRA LAZZARINI**

**INCORPORAÇÃO DE NANOTUBOS DE DIÓXIDO DE TITÂNIO  
NO CIMENTO DE IONÔMERO DE VIDRO CONVENCIONAL:  
AVALIAÇÃO DO DESGASTE E RUGOSIDADE DE SUPERFÍCIE**

PIRACICABA

2019

**MARCELA OLIVEIRA LAZZARINI**

**INCORPORAÇÃO DE NANOTUBOS DE DIÓXIDO DE TITÂNIO  
NO CIMENTO DE IONÔMERO DE VIDRO CONVENCIONAL:  
AVALIAÇÃO DO DESGASTE E RUGOSIDADE DE SUPERFÍCIE**

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: Me(a). Kelly Maria Silva Moreira

ESTE EXEMPLAR CORRESPONDE À VERSÃO FINAL DO TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO APRESENTADO PELO(A) ALUNO(A) Marcela Oliveira Lazzarini E ORIENTADO(A) PELO(A) PROF(A). DR(A). Kamila Rosamília Kantovitz

PIRACICABA  
2019

## FICHA CATALOGRÁFICA

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

L459i Lazzarini, Marcela Oliveira, 1993-  
Incorporação de nanotubos de dióxido de titânio no cimento de ionômero de vidro convencional : avaliação do desgaste e rugosidade de superfície / Marcela Oliveira Lazzarini. – 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. Propriedades físicas e químicas. 4. Teste de materiais (Odontologia). 5. 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

#### **Palavras-chave em inglês:**

Glass ionomer cements

Nanotechnology

Physical and chemical properties

Materials testing

Titanium

**Titulação:** Cirurgião-Dentista

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

## **DEDICATÓRIA**

Dedico aos meus pais Maria Cecília de Oliveira Lazzarini e Waldemar Lazzarini que não mediram esforços e que foram os grandes percussores da minha formação, do meu caráter e do ser humano que hoje eu sou.

## AGRADECIMENTOS

Primeiramente agradeço a Deus por ter me dado a oportunidade de estudar numa faculdade renomada.

Agradeço imensamente minha família, que acompanhou toda esta trajetória, meus pais Maria Cecília e Waldemar, meu irmão Giovani, minha avó Zobeide, meus tios Licínio, Arlete, Francisco, Janice e meus primos Marila, Alexandre, Thiago e Izabela.

Quero agradecer especialmente responsáveis pela escolha desta profissão tão linda, meu Tio Mamede, Licínio, Marila e Thiago.

Aos meus amigos, Alexa, Amanda, Ana Carla, Ana Beatriz, Gabriela, Mayara, Vanessa e Wilian que caminharam comigo durante estes anos e que se tornaram uma família e sem eles a caminhada seria mais árdua.

Ao Departamento de Materiais Dentários, da Faculdade de Odontologia de Piracicaba (FOP/UNICAMP) por ceder os equipamentos necessários para realizar este estudo.

À Profa. Dra. Kamila Rosamília Kantovitz e a doutoranda Kelly Maria Silva Moreira por toda ajuda e dedicação tanto no meu projeto quanto no trabalho de conclusão de curso, elas foram fundamentais nesta trajetória.

Ao Prof. Dr. Paulo Noronha Lisboa Filho, do Departamento de Física, da Faculdade de Ciências, da Universidade Estadual Mesquita Filho (UNESP-Bauru) por ser colaborador deste projeto, elaborando e enviando os nanotubos de dióxido de titânio (TiO<sub>2</sub>).

O presente trabalho foi realizado com apoio da Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP), processo nº 2017/03005-4.

## RESUMO

O dióxido de titânio ( $\text{TiO}_2$ ) tem se tornado um material promissor em diversas aplicações, incluindo os materiais restauradores odontológicos. Entretanto, as propriedades físico-mecânicas do cimento de ionômero de vidro convencional com incorporação do  $\text{TiO}_2$  ainda não estão bem estabelecidas. Portanto, este estudo *in vitro* visou caracterizar qualitativa e quantitativamente o impacto da incorporação de nanotubos de  $\text{TiO}_2$  na matriz dos CIVs de alta viscosidade quanto à topografia (TS), rugosidade (RS) e à resistência ao desgaste (DS) de superfície por meio da utilização de ensaio de abrasão em máquina simuladora da escovação dentária. Para essa finalidade, nanotubos de  $\text{TiO}_2$  foram adicionados ao pó do CIV [Ketac Molar EasyMix® – (KM)] nas concentrações de 3%, 5% e 7% em peso. O pó, sem nenhuma mistura, foi utilizado como controle. A avaliação das propriedades físico-mecânicas foi realizada por meio dos ensaios de: 1. Rugosidade de superfície (RS) (n=8) - rugosímetro (1,25 mm de extensão/ *cut-off* de 0,25 mm); 2. Desgaste de superfície (DS) (n=8) - mensuração da quantidade de massa perdida em balança analítica; 3. Topografia de superfície (TS) (n=2) - microscopia eletrônica de varredura (MEV). Corpos-de-prova de 2 x 4 mm foram confeccionados e submetidos a ensaio de abrasão mecânica (30.000 ciclos, carga de 200 gF, 250 ciclos/minuto). Valores iniciais (VI) e finais (VF) de DS e RS foram expressos pela fórmula  $DS$  ou  $RS=VF-VI$ . Os dados foram submetidos a Shapiro-Wilks, ANOVA, Tukey e Dunnett ( $\alpha=0,05$ ). Com relação ao DS, todos os grupos apresentaram peso inicial maior que final ( $p\leq 0,05$ ). Independente da concentração de nanotubos de dióxido de titânio ao CIV, houve significativa redução da perda de peso da matriz do CIV ( $p=0,001$ ) (tabela 2). A menor porcentagem de perda de peso foi observada no grupo 5% de dióxido de titânio. Não houve diferença entre os grupos para RS ( $p=0,287$ ). Para TS, observamos degradação da superfície dos *cdps* após abrasão mecânica com presença de porosos e rachaduras. A adição de nanotubos de dióxido de titânio ao CIV favoreceu a resistência ao desgaste após a simulação de escovação sem alterar a rugosidade de superfície. Portanto, pode-se concluir que o uso de dióxido de titânio representa uma estratégia promissora quando incorporado ao CIV.

**Palavras-chave:** Cimentos de ionômero de vidro. Nanotecnologia. Propriedades físico-mecânicas. Teste de materiais. Titânio.

## ABSTRACT

Titanium dioxide (TiO<sub>2</sub>) has been suggested as a promising material in numerous applications including dental restorative materials. However, the influence of nanotechnology on physic-mechanical properties of glass ionomer cement (GIC) is not well established. Thus, this *in vitro* study has been assess the GIC's topography, roughness, and wear surface added with TiO<sub>2</sub> nanotubes. TiO<sub>2</sub> Nanotubes [3%, 5% and 7% (w/w)] were incorporated to GIC's (Ketac Molar EasyMix™) powder component, whereas unblended powder was used as control. Physical-mechanical analysis have been include: Surface roughness (SR) (n=8) - evaluate by surface roughness tester (1,25 mm in length/cut- off of 0,25 mm); Surface Wear evaluation (WS) (n=8) - consist of mass lost measurement after mechanical abrasion by a brushing machine using a precision electronic scale; Topography Surface (TS) - by scanning electron microscopy (SEM) (n=2). Specimens of 2 x 4 mm will be prepared and submitted to mechanical abrasion machine (30,000 cycles, 200 gF load, 250 cycles/minute). Initial (MI) and final (MF) values of WS were expressed by the formula: DS or RS = MF-MI. Data were analyzed by Shapiro-Wilks, one-way ANOVA e Tukey tests ( $\alpha=0.05$ ). Regarding the WS, all groups presented initial weight higher than final ( $p\leq 0,05$ ). Regardless of the concentration of titanium dioxide nanotubes in the GIC, there was a significant reduction in the weight loss of the GIC matrix ( $p=0.001$ ) (Table 2). There was no difference between the groups for SR ( $p=0.287$ ). For TS, we observed degradation of the surface of the cdps after mechanical abrasion with the presence of pores and gaps. The addition of titanium dioxide nanotubes to the GIC favored wear resistance after the simulation of brushing without changing the surface roughness. Therefore, it can be concluded that the use of titanium dioxide represents a promising strategy when incorporated into the GIC.

**Key words:** Glass ionomer cements. Nanotechnology, Physic-mecanical. Properties, materials testing. Titanium.

## SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	9
2 REVISÃO DA LITERATURA	11
2.1 Cimento de Ionômero de Vidro	11
2.2 Nanotecnologia	12
2.3 Cimento de Ionômero de Vidro associado com nanotecnologia	13
3 PROPOSIÇÃO	19
4 MATERIAL E MÉTODOS	20
4.1 Materiais	20
4.2 Métodos	22
5 RESULTADOS	25
6 DISCUSSÃO	28
7 CONCLUSÃO	31
REFERÊNCIAS	32
ANEXOS	37
Anexo 1 – Verificação de originalidade e prevenção de plágio	37
Anexo 2 – Iniciação Científica	38

## 1 INTRODUÇÃO

Os cimentos de ionômero de vidro (CIV) foram introduzidos no mercado, na década de 70 e são compostos por um pó de vidro de fluoro-alumino-silicato de cálcio e pelo ácido poliacrílico (McLean e Wilson, 1974; Holmgren et al., 2013). Quando o pó e o líquido são aglutinados, resulta em uma reação de presa do tipo ácido-base para formar um sal hidratado, que atua como matriz de ligação entre as partículas de vidro (Nicholson e Croll, 1997). Dentre a expressiva diversidade de aplicações clínicas deste material pode-se citar o tratamento restaurador atraumático, incluindo selantes de fósulas e fissuras, casos que não possa ser realizado procedimento convencional (Tratamento Restaurador Atraumático), material como base, forrador e de cimentação (Zanata et al., 2011; de Amorim e tal., 2012; Frencken, 2014). A adesão aos tecidos dentários permite uma ampla aplicabilidade do ionômero, permitindo que menos estrutura dental seja removida, também podemos citar as propriedades anticariogênicas devido à liberação de flúor na cavidade oral, coeficiente de expansão térmico linear ao elemento dentário e a biocompatibilidade (McLean e Wilson, 1974; Gladys et al., 1997; Wiegand et al., 2007; Markovic et al., 2012).

Em contrapartida, os CIVs possuem algumas limitações clínicas atribuídas às características inerentes ao próprio material, tais como: sensibilidade à sorção e sinérese, fragilidade, rugosidade e baixa resistência ao desgaste, principalmente em cavidades que englobam múltiplas superfícies e restaurações em áreas de alto estresse mastigatório (Pereira et al., 2002; Zanata et al., 2011; de Amorim et al., 2012, 2014; Ilie et al., 2012, et al., 2012; Frencken, 2014; Mickenautsch, 2015). Além disso, o desgaste sofrido pela restauração seja este devido à mastigação e/ou à escovação dental, altera a topografia superficial da mesma, aumenta a rugosidade, interfere na formação e maturação do biofilme dentário e, conseqüentemente, leva à deterioração do material ao aparecimento de defeitos marginais e eleva o risco à doença (Davis, 1978; Fúcio et al., 2012).

No intuito de superar as deficiências nas propriedades físico-mecânicas dos CIVs, a nanociência e nanotecnologia têm sido aplicadas gerando novos nanomateriais (Freitas, 2000). Nanopartículas de dióxido de titânio ( $\text{TiO}_2$ ) têm sido proposta como partículas de reforço para melhorar o desempenho clínico dos materiais dentários (Wetzel et al., 2006; Zhao e Xie, 2009; Elsaka et al., 2011; Khademolhosseini et al., 2012; El Negoly et al., 2014; Cibim et al., 2017), pois o titânio é um aditivo quimicamente estável, não

tóxico e inorgânico (Yang et al., 2001; Cibim et al., 2017).

Estudos já existentes comprovam o efeito positivo da adição de nanotecnologia aos ionômeros de vidro convencionais nas propriedades mecânicas, como dureza, desgaste à atrição, tenacidade à fratura, tração diametral, força flexural e compressiva (Zhao e Xie, 2009; Elsaka et al., 2011; El-Negoly et al., 2014), entretanto não há conhecimento suficiente sobre a interferência de nanotecnologia nas propriedades físico-mecânicas do ionômero como rugosidade e desgaste de superfície quando submetidos a abrasão mecânica, simulando a escovação dentária (Carvalho et al., 2012). Além disso, os estudos citados anteriormente utilizam nanoestruturas esféricas, mas ao invés de impermear na matriz, tendem a formar aglomerados. Sendo assim, partículas de nanotubos de  $\text{TiO}_2$  que possuem estrutura oca e elevada superfície volume (Meng et al., 2013) podem auxiliar para que a nanoestrutura e a matriz contendo vidro de silicato de alumínio e cálcio tenham uma melhor interação, conseqüentemente, supere as limitações clínicas deste material.

Cibim e colaboradores, 2017, demonstraram que a incorporação desta nova nanotecnologia (nanotubos de  $\text{TiO}_2$ ) não interferiu na rugosidade superficial quando comparados com o grupo controle (sem adição de  $\text{TiO}_2$ ). Entretanto, o desgaste deste novo nanomaterial ainda não foi estudado quanto à abrasão mecânica por meio de escovação dentária simulada in vitro, na qual a rugosidade e o desgaste de superfície foram resultados do atrito da superfície do material com o dentifrício e a escova dental. Esta ação provoca a abrasão da matriz e a remoção das partículas do material, resultando no aparecimento de lacunas que tendem a aderir detritos alimentares e biofilme (Sakaguchi et al., 1986; Fúcio et al., 2012).

Em vista disso, este estudo in vitro tem como hipótese avaliar a influência da incorporação de nanotubos de  $\text{TiO}_2$  ao ionômero de vidro de alta viscosidade na melhora das propriedades físico-mecânicas, podendo gerar inovação tecnológica que suceda na possibilidade de fabricação de futuros produtos odontológicos. Assim, a finalidade deste presente estudo foi analisar a incorporação dos nanotubos de  $\text{TiO}_2$  ao CIV convencional de alta viscosidade quanto a topografia, rugosidade e desgaste de superfície.

## 2 REVISÃO DA LITERATURA

### 2.1 Cimento de Ionômero de Vidro

No ano de 1971 o cimento de ionômero de vidro (CIV) foi inventado e relatado por Wilson e Kent, CIV é o nome genérico dado ao material baseado na reação de silicato de vidro e ácido poliacrílico. Este material é composto por um pó contendo sílica ( $\text{SiO}_2$ ), alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), fluoreto de cálcio ( $\text{CaF}_2$ ), fluoreto de alumínio ( $\text{AlF}_3$ ), fluoreto de sódio ( $\text{NaF}$ ) e fosfato de alumínio ( $\text{AlPO}_4$ ) apresentando partículas que variam de 15 a 50  $\mu\text{m}$  e uma composição alcalina solúvel em ácido, e por um líquido que contem solução aquosa de ácido policarboxílico. Na maioria dos casos, o líquido é formado por co-polímero com ácido itacônico, tricarboxílico ou maleico, e estes ácidos tendem a aumentar a reatividade, diminuir a viscosidade e reduzir a tendência à geleificação; ácido tartárico também pode estar presente, melhorando as características de manuseio e aumentando o tempo de trabalho, porém reduzindo o tempo de ajuste.

Quando o pó é aglutinado ao líquido, começa uma reação de presa do tipo ácido-base entre o ácido poliacrílico e as partículas de vidro de fluoro-aluminossilicato para formar um sal hidratado, que atua como matriz de ligação entre as partículas de vidro (Nicholson e Croll, 1997). A reação inicial é de geleificação entre os componentes que ocorre em 2-3 minutos, seguida da ligação das partículas de vidro não reagidas que atuam como “fillers” na matriz de sílica em gel. A reação de endurecimento completa pode ocorrer durante as 48 horas seguintes.

O CIV apresenta diversas aplicações clínicas devido à sua alta liberação de flúor, que incluem restaurações anteriores como classe III e V (Van Dijken JW, 1996; Abdalla et al, 1997), tratamento restaurador atraumático (ART), selantes de fóssulas e fissuras, base, material forrador e de cimentação (Zanata et al., 2011; de Amorim e tal., 2012; Frencken, 2014).

Dentre suas vantagens, podemos destacar a liberação de flúor na cavidade oral, a adesão aos tecidos dentinários, coeficiente de expansão térmica linear similar à estrutura do elemento dental e a biocompatibilidade (Gladys et al.,1997, Tyas e Burrow, 2004). Em contrapartida o CIV apresenta algumas limitações clínicas, tais como: alto grau de sinérese e

embebição, diminuição da resistência ao desgaste superficial, rugosidade e fragilidade (Peez e Frank, 2006). O desgaste sofrido pela mastigação e/ou escovação podem alterar a topografia de superfície, aumentando a quantidade de gaps e conseqüentemente o acúmulo de biofilme, o que pode contribuir para a deterioração do material e o aparecimento de defeitos marginais, ou seja, ocasionar o insucesso da restauração (Davis, 1978; Fúcio et al., 2012; Amorim et al., 2012).

Para suprir as limitações físico-mecânicas do ionômero de vidro sem afetar as propriedades biológicas várias cargas foram adicionadas, podemos citar partículas de silicato de alumínio (Kobayashi et al., 2000), liga de amálgama de prata, pó de prata (Dowling et al., 2006), partículas de vidro bioativas (Yli-Urpo et al., 2005), zircônia (Gu et al., 2005) e hidroxiapatita (Lucas et al., 2003), entretanto nenhum deles demonstraram melhoria significativa.

## **2.2 Nanotecnologia**

A nanotecnologia e a nanociência é uma área emergente que utiliza nanoestruturas para diagnóstico, tratamento e prevenção de doenças e traumas para alívio da dor e melhorar a saúde dentária. Na odontologia, a nanotecnologia tem como objetivo melhorar as propriedades dos materiais restauradores sem que comprometa a estética (Freitas 2000; Sumita et al., 2013).

Existem as partículas nanométricas, com o tamanho  $< 100$  nm e as micrométricas de tamanho  $> 100$  nm, e além do tamanho que as diferem, a nanopartícula possui uma área de superfície consideravelmente maior que facilita a transferência de carga da matriz de polímeros para a mesma ocasionando maior rigidez e maior resistência ao desgaste. Em contrapartida uma maior área de superfície pode ocasionar aglomeração de partículas dificultando a dispersão uniforme das nanopartículas em matriz de polímero, conseqüentemente reduzindo a resistência (Zhao e Xie, 2009).

Nanopartículas de sílica, titânio e alumínio estão sendo cada vez mais utilizadas para melhorar a resistência ao desgaste e a resistência mecânica dos materiais (Zhao e D.

Xie, 2009). A nanopartícula de titânio destaca-se por ser uma substância inorgânica, quimicamente estável, não tóxica e antimicrobiana (Vimbela et al., 2017).

Há diversas formas estruturais de nanomateriais, por exemplo, nanopartículas, nanotubos, nanorodos e nanofilmes, entretanto os materiais tubulares apresentam estruturas ocas com uma elevada relação superfície/volume. Essa característica contribui para melhorar a reação/interação entre um dispositivo e o meio circundante, assim o sistema se torna mais eficaz ou mesmo permitindo novas vias de reação (Arruda et al., 2015).

### **2.3 Cimento de Ionômero de Vidro associado com nanotecnologia**

No intuito de melhorar as limitações clínicas do CIV, como o desgaste e baixa resistência à fratura (de Amorin, et al., 2018), surgiram diversos estudos. Elsaka et al., 2011, no seu estudo usou partículas de aproximadamente 21 nm de dióxido de titânio ( $\text{TiO}_2$ ) em diferentes concentrações, 3%, 5%, 7% e avaliou a influência destas nanopartículas nas propriedades físicas (resistência à fratura, à compressão, à flexão, microdureza de superfície, tempo de presa e força de ligação), ação antimicrobiana e na liberação de flúor. Obteve-se no grupo CIV 3% e 5% de  $\text{TiO}_2$  melhora significativa na resistência à fratura, flexão e compressão, comparado ao CIV convencional, porém no CIV 7% ocorreu diminuição nas propriedades mecânicas. Com relação à microdureza, os grupos 5% e 7% comprometeram a superfície. A adição de nanopartículas não interferiu nas ligações com a dentina e na liberação de flúor, além disso, apresentou um potente efeito antimicrobiano contra *S. mutans*.

De Gee et al, 1996, em seu estudo teve como objetivo avaliar as mudanças a longo prazo do GIC, do GIC reforçado com metal e do GIC modificado com resina por meio de experiência de desgaste em zonas sem contatos oclusais durante um ano. Além disso, foi analisada a susceptibilidade ao ácido numa condição de contato oclusal, no qual o pH era de 5 ou 6. O desgaste inicial diminuiu significativamente durante um ano, e este resultado é consequência da progressão lenta da reação de ácido-base que se estende durante meses. Em um pH de 6 a maioria destes materiais não foram afetados, já no pH 5 o ionômero de vidro convencional apresentou maior desgaste comparado ao ionômero de vidro reforçado

por metal. Também foi relatado que áreas de contato oclusal tiveram maior desgaste em comparação às áreas sem contato. Portanto o ionômero de vidro reforçado com metal e o modificado por resina não podem ser recomendados para regiões de alta tensão oclusal.

Momoi, et al, 1997, avaliaram a taxa de abrasão, desgaste e mudança na rugosidade da superfície do ionômero de vidro convencional e modificado por resina quando submetidos à escovação com dentifício abrasivo. Neste estudo in vitro, amostras de amálgama com alto teor de cobre e um compósito de resina híbrida foram utilizados como amostras de referências. Após a escovação as características da superfície foram avaliadas por microscopia eletrônica. As resistências à abrasão e à dureza dos ionômeros modificados por resina foram estatisticamente inferiores ao GIC. As micrografias mostraram uma superfície mais rugosa para todos os ionômeros comparado ao amálgama e compósito de resina. Conclui-se que o ionômero de vidro modificado por resina é inferior quando comparado ao convencional, isso quando comparado duas formas de produtos provenientes do mesmo material.

Xie et al, 2000, determinou a resistência à flexão, à compressão, à tração diametral, dureza e a resistência ao desgaste em dez cimentos de ionômeros de vidro. Os espécimes foram feitos de acordo com a instrução de cada fabricante e avaliou as fraturas superficiais através da microscopia eletrônica de varredura para determinar as relações das propriedades mecânicas e microestruturas dos materiais e as mensurações foram realizadas após sete dias em água destilada a 37°C. Os CIV's modificados por resina apresentaram resistência à flexão e à tração diametral e exibiram deformação plástica na resistência à compressão, já os CIV's convencionais apresentaram valores mais altos na dureza e na resistência ao desgaste, entretanto apresentaram fragilidade na resistência à compressão. Concluiu-se que as propriedades mecânicas estão relacionadas com as suas microestruturas, ou seja, quanto mais integrada a microestrutura, mais elevada é a resistência à flexão e à tração diametral; a resistência à compressão maior está relacionada com partículas de vidro menores.

Carvalho et al, 2008, analisaram os efeitos do biofilme de *Streptococcus mutans* na superfície dos materiais restauradores, avaliando rugosidade, dureza e morfologia da resina composta (Empress 2, Filteke Supreme) e do ionômero de vidro (Vitremmer e Ketac

Molar Easymix), após 30 dias. Os espécimes foram divididos em 3 grupos: 100% umidade relativa, meio de crescimento e meio de crescimento do biofilme de *S. mutans*. Previamente ao armazenamento, foi realizada a mensuração da dureza e após 30 dias os espécimes foram limpos para obter os valores da rugosidade e dureza de superfície; e a morfologia por análise de microscopia eletrônica de varredura. Para a resina composta, estatisticamente não houve diferença significativa na rugosidade e dureza de superfície entre os grupos e entre amostras imediatamente e após 30 dias. Entretanto, no cimento de ionômero de vidro, as médias da rugosidade do grupo 3 foram significativamente maiores do que aos dos outros grupos; na dureza o grupo 1 após 30 dias apresentou valor mais elevado e o grupo 3 teve valores reduzidos em comparação com os outros grupos. Na microscopia houve maior degradação de superfície do grupo 1 ao 3 para os materiais Filteke Supreme, Vitremer e Ketac Molar Easymix. Assim sendo, biofilme após 30 dias promove um efeito negativo na morfologia (Filtek Supreme) de superfície, na rugosidade (Vitremer e Ketac Molar) e na dureza (Vitremer).

Carvalho et al., 2012, comparam a rugosidade superficial do CIV convencional (Fuji IX GP) com o CIV nanomodificado (Ketac N100), CIV modificado com resina (Vitremer) e um compósito de resina nanomodificada (Filtek Supreme) após ciclos de pH e escovação. Os corpos de provas foram submetidos a ciclos de pH 4,3 para desmineralização por seis horas em 10 dias e depois armazenados durante 18 h em pH 7 para remineralização, finalizando estes ciclos, foi mensurado a rugosidade de superfície. Os cdps foram submetidos a escovação dentária com carga de 200 g em 30.000 ciclos de escovação e após esse processo, a rugosidade de superfície foi analisada novamente. O CIV convencional apresentou rugosidade de superfície estatisticamente diferente dos outros materiais, já o Ketac N100 não diferiu estatisticamente do Vitremer e Filtek, podendo concluir que o Ketac N100 após a degradação químico-mecânica comportou-se como um material intermediário entre os CIV's convencionais e modificados.

El Negoly et al., 2014, também usaram nanopartículas de dióxido de titânio com 21 nm nas concentrações 3%, 5% e 7% para avaliar a resistência à compressão, flexão e a resistência ao cisalhamento da dentina. Os grupos 3% e 5% mostraram aumento significativo na resistência à compressão comparada ao CIV convencional, já no grupo 7% houve diminuição. O resultado da resistência à flexão mostrou um aumento significativo em todos

os grupos e na resistência ao cisalhamento da dentina o grupo 7% teve seu maior valor. Assim a adição de nanopartículas de  $\text{TiO}_2$  melhora significativamente as propriedades físico-químicas e mecânicas do CIV convencional, podendo ser um material promissor para atuar com desempenho em regiões de altas tensões.

Garcia-Contreras et al, 2015, no seu estudo, usaram partículas de tamanhos < 25 mm em concentrações 3% e 5% para analisar as propriedades mecânicas (microdureza, resistência à compressão e à flexão), atividade antibacteriana e a força de adesão do CIV FX-II. Houve melhora significativa na resistência à flexão e à compressão, bem como na microdureza. Com relação na força de adesão, o ionômero de vidro com adição de  $\text{TiO}_2$  é muito mais suscetível à dissolução em contato com a água, isto é consequente pela baixa atração iônica entre partículas e pela distribuição heterogênea de nanopartículas. Na atividade antibacteriana o CIV modificado mostrou melhora contra *S. mutans*.

Najeeb et al, 2016, revisaram a modificação realizada em materiais à base de ionômero de vidro para melhora das propriedades físico-química, já que estes materiais possuem certas limitações. CIV's com partículas de vidro nanométricas tem seu tempo de presa diminuído e compressão de presa e modo de elasticidade aumentado, consequentemente este material apresentou maior capacidade em resistir às forças oclusais. Relataram que CIV modificado com apatita (hidroxiapatita ou fluorapatita) causa melhora nas propriedades mecânicas devido à interação iônica do ácido poliacrílico com os cristais de apatita, além disso, é esperado uma aderência superior em razão à possibilidade de formação de fortes ligações iônicas entre cristais de apatita no cimento e íons de cálcio no dente. A combinação de hidroxiapatita com zircônia ( $\text{HAp/ZrO}_2$ ) em concentração de 4 vol.% ao pó do CIV ocasiona melhora nas propriedades mecânicas, pois há uma densa dispersão entre as partículas de vidro e partículas de  $\text{HAp/ZrO}_2$ , porém foi observado um aumento de fissuras na estrutura. Nanopartículas de cálcio ( $\text{CaF}_2$ ) adicionadas no CIV modificado por resina pode melhorar o comportamento mecânico, entretanto, há alteração na capacidade de liberação de flúor, já nanopartículas de dióxido de titânio ( $\text{TiO}_2$ ) adicionadas ao pó de ionômero demonstrou melhoras na propriedade mecânica e nos efeitos antibacterianos. Concluíram que introdução de partículas nanométricas ao CIV melhora as propriedades mecânicas, se aumentarem a cristalinidade, os cristais podem tornar o cimento mais estável e melhorar a força de união com a estrutura do dente, além da maior liberação de flúor. No

entanto, pouco se sabe sobre os efeitos que as células pulpares podem apresentar, assim é necessário realizar mais estudos biológicos e mecânicos para avaliar o efeito do CIV nanomodificado.

Cibim et al, 2017, em seu estudo, usaram nanotubos de dióxido de titânio nas concentrações 3%, 5% e 7% que foram incorporados no Ketac Molar Easy Mix para avaliar as propriedades físico-químico e biológica (espectroscopia dispersiva de energia, rugosidade superficial, dureza, liberação de flúor, citotoxicidade, morfologia celular e composição da matriz extracelular). A propriedade físico-química em relação à espectroscopia dispersiva de energia, em todos os grupos 5% e 7% de  $TiO_2$  foi detectado titânio, o que confirma sua incorporação ao CIV. Entre os grupos não houve diferença significativa na rugosidade e na dureza de superfície, entretanto a análise da dureza superficial mostrou um aumento de valor no grupo de KM+5% de  $TiO_2$  quando comparado ao KM convencional e o KM+7% de  $TiO_2$ . Por fim todos os grupos com dióxido de titânio aumentaram a liberação de flúor em comparação ao grupo controle, mas a liberação de flúor durou mais tempos nos grupos 5% e 7% de  $TiO_2$ . Nas propriedades biológicas, o grupo KM+5% de  $TiO_2$  apresentou melhora na morfologia/disseminação celular comparando com os grupos KM e KM +3% de  $TiO_2$ . Concluiu-se que o grupo 5% de  $TiO_2$  apresentou melhores resultados na espectroscopia e liberação de flúor, sem afetar a rugosidade e a dureza de superfície, sugerindo seu potencial em restaurações de regiões mais estressantes.

Poorzandpoush et al, 2017, em seu estudo avaliaram o efeito da adição de partículas de nanohidroxiapatita (NHA) no desgaste de CIV modificado por resina por meio da simulação de escovação dental. Neste estudo in vitro, foi adicionado partículas de nanohidroxiapatita nas concentrações de 1, 2, 5, 7 e 10 wt% no ionômero de vidro Fuji II LC RMGI, as amostras foram pesadas e submetidas a escovação após polimento, limpeza e encubação a 37°C por três semanas, e após o ensaio de abrasão foi realizada outra pesagem e a quantidade de perda foi calculada. O desgaste foi significativamente maior no grupo controle, e observou diferença significativa entre os grupos 2 e 5wt% de NHA e nos grupos 1, 7 e 10 wt% de NHA, concluindo que incorporando até 10% de nanohidroxiapatita aumenta a resistência ao desgaste.

Entretanto, estudos anteriores testaram nanopartículas esféricas de aproximadamente 20 nm, porém essa forma tende a formar aglomerados em vez de permear a matriz do cimento de ionômero de vidro. Neste estudo a incorporação dessa nanotecnologia  $\text{TiO}_2$  possui elevada superfície-volume e estrutura oca. (Meng et al., 2013).

### 3 PROPOSIÇÃO

O objetivo deste estudo *in vitro* foi caracterizar, qualitativa e quantitativamente, o impacto da incorporação de nanotubos de  $\text{TiO}_2$  na matriz dos CIVs convencionais de alta viscosidade quanto à topografia, rugosidade e desgaste da superfície por meio da utilização de ensaio de abrasão mecânica em máquina simuladora da escovação dentária.

## 4 MATERIAL E MÉTODOS

Desenho Experimental: O fator em estudo foi a incorporação de diferentes concentrações de  $\text{TiO}_2$  (% em peso) ao CIV de alta viscosidade (Ketac Molar EasyMix® - 3M/ESPE, Maplewood, Minnesota, EUA). As amostras experimentais foram divididas aleatoriamente em quatro grupos experimentais: Ketac Molar (KM) = Controle; Ketac Molar + 3% de  $\text{TiO}_2$  = KM + 3% de  $\text{TiO}_2$ ; Ketac Molar + 5% de  $\text{TiO}_2$  = KM + 5% de  $\text{TiO}_2$  e Ketac Molar + 7% de  $\text{TiO}_2$  = KM + 7%  $\text{TiO}_2$  (n=8). Os parâmetros avaliados foram a rugosidade de superfície e desgaste de superfície antes (*baseline*) e após a submissão a máquina simuladora da escovação dentária (ensaio de abrasão mecânica) e a análise topográfica da superfície do CIV por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV).

### 4.1 Materiais

Preparo do cimento de ionômero de vidro experimental: Ao CIV convencional de alta viscosidade [cor A3; composto pelo pó de vidro de fluorsilicato de alumínio-cálcio-lantânio, ácido polycarbônato 5% (15 g) e pelo líquido: ácido polycarbônico e ácido tartárico (10 g)] foi adicionado nanotubos de  $\text{TiO}_2$  em três diferentes concentrações (3%; 5%; 7% em peso). Os nanotubos (diâmetro ~10 nm e tamanho ~20 nm) são formados por uma única folha de  $\text{TiO}_2$  enrolada em espiral e 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.

As diferentes concentrações de nanotubos de  $\text{TiO}_2$  foram pesadas em balança precisão de 0,0001 g (Engenharia BEL; Monza, Milão, Itália) e adicionadas manualmente ao pó do material odontológico antes da manipulação. Em seguida, pó do CIV e nanotubos  $\text{TiO}_2$  foram homogeneizados com os por meio de vortexadora QL-901 (Biomixer, Taft, CA, EUA) durante 2 minutos (Cibim et al., 2017). Os materiais (controle e experimental) foram mantidos em ambiente seco e refrigerados (8° a 10 °C), até a sua utilização.

Confecção dos corpos-de-prova: Foram obtidos 32 *cdps* conforme os grupos experimentais descritos anteriormente (n=8). Os mesmos foram confeccionados à temperatura ambiente de  $23 \pm 1^\circ\text{C}$  (especificação da ISO #7489), utilizando matriz de teflon

de 2 mm de espessura x 4 mm de diâmetro. Após proporcionar o pó e o líquido (1:1) em bloco de papel impermeável, dividir-se-á o pó em duas porções iguais e com o auxílio de espátula # 24 aglutina-se o pó ao líquido, utilizando um tempo total de mistura de 30 a 45 s, conforme instrução do fabricante. Em seguida, os materiais ionoméricos, de cada grupo experimental, foram inseridos em único incremento na cavidade da matriz com auxílio de seringa Centrix (Centrix Inc., Shelton, Connecticut, EUA) com pontas Accudose esterilizadas (Centrix Inc., Shelton, Connecticut, EUA), o CIV foi colocado no molde com um leve excesso. O material foi recoberto com tira de poliéster (Proben, Catanduva, SP, Brasil) sob uma placa de vidro com carga estática de 200 g, para remover o excesso de material e planificar a superfície do material no mesmo nível da face superior da matriz por 6 minutos (tempo presa inicial). Após a presa inicial do material, os *cdps* foram removidos dos moldes, identificados, impermeabilizados com vaselina (para evitar sinérese e embebição) e armazenados em estufa a 37°C e 100% de umidade relativa, por um período de 24 h (tempo de presa final do material) (Elsaka et al., 2011; Cibim et al., 2017). Posteriormente, foi realizado o polimento nas superfícies com sequência de discos de polimento de granulação média, fina e ultrafina de óxido de alumínio (Sof-Lex Pop On, 3M Dental Products, MN, EUA). Cada disco foi aplicado numa única direção durante 15 s utilizando pulverização de ar-água por um único operador calibrado. Para cada *cdp* foi usado sequência nova de discos (Carvalho et al., 2012). Após a finalização dos procedimentos de polimento, os *cdps* foram submetidos à limpeza ultra-sônica (T1440D, Odontobra s Ltda, Ribeira do Preto, SP, Brasil) em água desionizada por 10 minutos para remover de detritos de polimento e armazenados em 100% de umidade.

## 4.2 Métodos

### Avaliação das Propriedades Físico-Mecânico

A análise de rugosidade e desgast\*-e da superfície do CIVs foi realizada em cada grupo experimental, nos mesmos espécimes por meio de mensurações iniciais (*baseline*) e finais (após) à abrasão mecânica com escovas dentais, como descritos a seguir.

Mensurações Iniciais (*Baseline*): Antes da submissão dos *cdps* ao ensaio de

abrasão mecânica foi realizada a mensuração inicial dos mesmos quanto a rugosidade e desgaste de superfície (RS e DS, respectivamente). Através do rugosímetro Surfcomer SE 1700 (Kosaka Corp., Tokyo, Japão) foi realizado na análise quantitativa da rugosidade de superfície inicial (RSi) que está descrita detalhadamente no item abaixo. Ainda neste momento inicial, os *cdp* foram submetidos à pesagem por meio de balança precisão de 0,0001 g (Engenharia BEL; Monza, Milão, Itália) a cada 24 h até que os mesmos atinjam um peso estável de cinco medições em série, e este valor foi considerado o peso inicial (Rios et al., 2002).

## **Ensaio físico-mecânico**

### **Teste de abrasão *in vitro* com escovas dentais**

Os espécimes foram submetidos à abrasão mecânica na máquina simuladora de escovação dentária do Laboratório de Odontopediatria da Faculdade de Odontologia de Piracicaba-FOP/UNICAMP, que possui 8 braços adaptadores de escovas dentais, os quais simulam a escovação simultaneamente no sentido “ântero-posterior”. Primeiramente, 32 escovas dentais com cerdas macias (Palmolive Ind. e Com. Ltda, S.B.Campo, SP, Brasil) e paralelas aos *cdps* (1 escova para cada *cdp*) foram fixadas nos braços adaptadores da máquina de escovação por meio de cola quente. Os cabos das escovas foram cortados, permanecendo somente a cabeça das mesmas. Em seguida, os *cdps* foram inseridos individualmente em matrizes retangulares de acrílico (5 x 2 cm) da máquina de escovação, as quais possuem um orifício central com o mesmo diâmetro dos *cdps* (4 x 2 mm). As matrizes com os *cdps* foram adaptadas nas cestas das máquinas, onde foi colocado o dentifrício de moderada abrasão (Colgate Palmolive Ind. e Com. Ltda, Osasco, São Paulo, Brasil), diluído em água deionizada (3 g de dentifrício: 6 mL de água deionizada). E assim, a escova dental, já presa no braço adaptador da máquina simuladora de escovação, entrou em contato com a superfície de cada *cdp*. Foram realizados 30.000 ciclos de escovação com uma carga de 200 gF, sendo 250 ciclos/minuto (Carvalho et al., 2012), que corresponde a três anos de escovação (Goldstein e Lerner, 1991).

Após a abrasão, os espécimes foram lavados em ultrassom (Ultrasonic Cleaner, model USC1400, Unique Ind e Com Ltda, São Paulo) com água deionizada por 10 minutos e cuidadosamente secos com papel absorvente (Carvalho et al., 2012).

### **Avaliação da Rugosidade de Superfície (RS)**

Para avaliação da RS os *cdps* foram adaptados individualmente a uma cavidade (1 x 4 mm) existente numa placa de plástico (Tecnil, São Paulo, SP, Brasil), com 47 mm de comprimento, 20 mm de largura e 2,5 mm de espessura, foram levados ao rugosímetro Surfcoorder SE 1700 (Kosaka Corp., Tokyo, Japão). A rugosidade média ( $R_a$ ) foi representada pela média aritmética entre os picos e vales registrados após a agulha do rugosímetro percorrer ao longo da superfície analisada, em trecho de 1,25 mm de extensão com cut-off de 0,25 mm, para que a filtragem de ondulação superficial seja maximizada. Cada superfície do *cdps* foi realizada três leituras em posições diferentes obtendo giro de aproximadamente 120° da placa, porém com a agulha sempre passando pelo centro geométrico da amostra. Assim, a rugosidade média de cada superfície foi considerada pela média das 3 leituras. O teste de rugosidade foi realizado no início ( $RS_i$ ) e após abrasão em máquina de escovação, lavagem em ultrassom e secagem com papel absorvente ( $RS_f$ ) e a variação da rugosidade ( $\Delta S$ ) foi determinada: ( $\Delta S$ ) =  $RS_f - RS_i$  (Rios et al., 2002; Carvalho et al., 2012; Cibim et al., 2017).

### **Avaliação do Desgaste de Superfície (DS)**

O desgaste de superfície dos *cdps* constituiu na mensuração da quantidade de massa perdida antes ( $DS_i$ ) e após ( $DS_f$ ) a abrasão em máquina de escovação, lavagem em ultrassom e secagem com papel absorvente conforme detalhando anteriormente (item *Mensurações Iniciais-Baseline*). Assim, a variação do desgaste ( $\Delta D$ ) foi determinada pela fórmula a seguir: ( $\Delta D$ ) =  $DS_f - DS_i$  (Rios et al., 2002).

### **Análise Topográfica da Superfície (TS)**

Um *cdp*, representativo de cada grupo experimental, após a simulação da escovação, foram levados ao microscópio eletrônico de varredura (MEV) (Jeol JSM 5600 LV, Tokyo, Japan) para análise da topografia de superfície (TS). Um *cdp* adicional de cada material experimental foi confeccionado, como descrito anteriormente (item *confeção dos corpos-de-prova*), para a obtenção de imagens da superfície inicial (*baseline*). Cada *cdp* foi

fixado em *stub* de latão, por meio de fita de carbono (#77816, Electron Microscopy Sciences), e posteriormente coberta com ouro pelo processo de metalização no equipamento - Balzers - SCD 050 sputter coater, Blazers Union Aktiengesellschaft, Germany, para análise em MEV.

### **Análise Estatística**

Após verificações da homocedasticidade e normalidade das variáveis desgaste e rugosidade ( $p=0,308$ ,  $p=0,234$ , respectivamente), os dados de desgaste foram transformados em Log10. Todos os dados foram analisados pela Análise de Variância Two-way de medidas repetidas e testes de Dunnett e Tukey ( $\alpha=0,05$ ). A análise descritiva foi realizada para descrever a avaliação topográfica da superfície do material na presença de nanotubos de TiO<sub>2</sub> nos diferentes tempos. O programa estatístico utilizado foi o SPSS 2.1 (Chicago, IL, EUA).

## 5 RESULTADOS

Para rugosidade de superfície, tabela 1 apresenta as médias e desvio padrão de rugosidade inicial (*baseline*) e após a simulação de escovação dentária para cada grupo experimental e a porcentagem da variação desta variável. Através dos resultados obtidos podemos notar que não houve diferença significativa entre os grupos experimentais (com e sem dióxido de titânio) ( $p > 0,05$ ), bem como não houve modificações na rugosidade quando comparado ao longo do tempo, *baseline* e após a escovação ( $p = 0,106$ ).

Com relação ao Desgaste de superfície, todos os grupos experimentais apresentaram diminuição do peso após a simulação de escovação em relação ao peso inicial (*baseline*), ( $p = 0,000$ ) (Tabela 2). No *baseline*, KM (controle) menos valores de peso foram apresentados, diferindo estatisticamente do grupo com 7% de  $\text{TiO}_2$ . KM+ 5% de dióxido de titânio apresentou menor porcentagem de perda de peso, ou seja, menor desgaste de superfície ( $p \leq 0,05$ ). Os grupos com adição de 3% e 5% de  $\text{TiO}_2$  não diferiram do controle nem entre eles ( $p \geq 0,05$ ). Para TS, avaliação qualitativa demonstra a superfície dos cdps mais degradada após abrasão mecânica acompanhada de poros e fissuras (Quadro 1).

Tabela 1 - Média e Desvio Padrão dos valores de rugosidade de superfície ( $\mu\text{m}$ ) no *baseline* e após a simulação da escovação nos grupos experimentais e a variação de rugosidade de superfície (%).

Grupos Experimentais (n=8)	Rugosidade de superfície		Variação da Rugosidade (%)
	Baseline ( $\mu\text{m}$ )	Após ( $\mu\text{m}$ )	
Controle (KM)	0,3127 (0,24899) Aa	0,4213 (0,16156) Aa	34,7
KM+ 3% TIO <sub>2</sub>	0,4365 (0,09671) Aa	0,3916 (0,15252) Aa	10,3
KM+ 5% TIO <sub>2</sub>	0,3851 (0,17488) Aa	0,3997 (0,17892) Aa	3,8
KM+ 7% TIO <sub>2</sub>	0,3871 (0,12821) Aa	0,4133 (0,15179) Aa	6,8

Letras maiúsculas em coluna demonstram ausência de diferença estatística significativa entre os grupos experimentais para Anova Two-way medidas repetidas e Dunnett ( $p>0,05$ ).

Letras minúsculas na horizontal demonstram que não houve diferença estatística significativa na rugosidade quando comparado ao longo do tempo (*baseline* e após escovação) ( $p=0,106$ ).

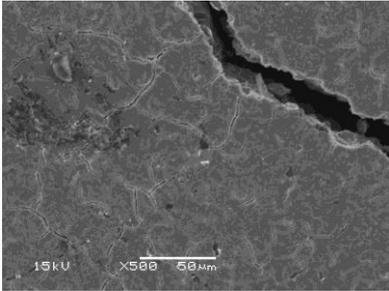
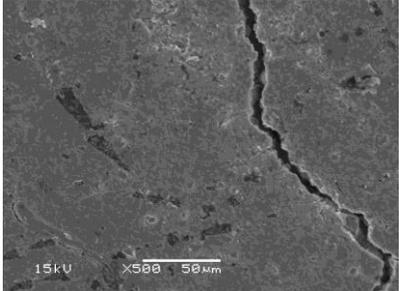
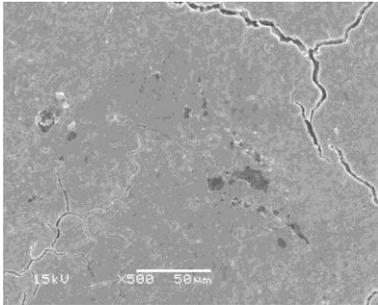
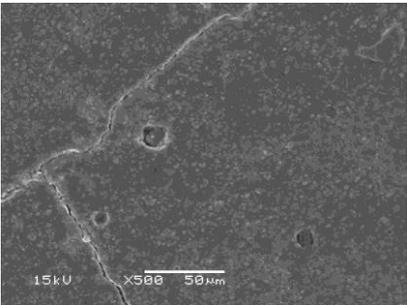
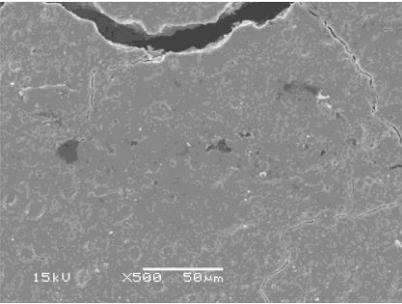
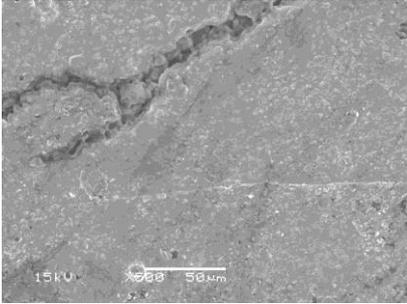
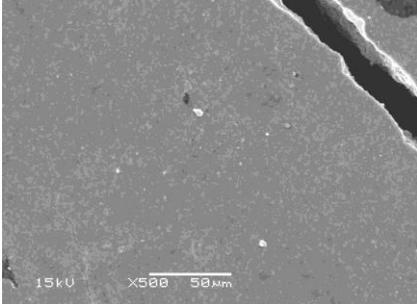
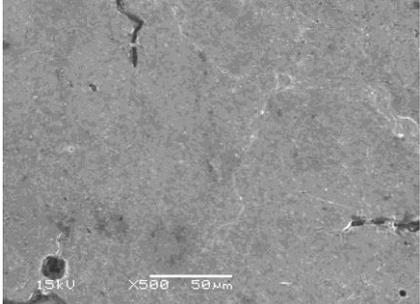
Tabela 2 - Média e Desvio Padrão da quantidade de massa (mg) e porcentagem da variação de perda de peso (%) nos grupos experimentais para avaliação do desgaste de superfície.

Grupos Experimentais (n=8)	Quantidade de Massa		Variação da Perda de Peso (%)
	Baseline (mg)	Após (mg)	
Controle (KM)	0,0893 (0,01613)* Aa	0,0859 (0,01337)* Ab	3,8
KM+ 3% TIO <sub>2</sub>	0,1013 (0,01426) Aa	0,0980 (0,01412) Ab	3,3
KM+ 5% TIO <sub>2</sub>	0,0962 (0,01546) Aa	0,0948 (0,01511) Ab	1,4
KM+ 7% TIO <sub>2</sub>	0,1070 (0,01202)* Aa	0,1041 (0,01033)* Ab	2,7

Letras maiúsculas em coluna demonstram que não há diferença significativa entre os grupos experimentais dentro de cada tempo de avaliação (*Baseline* e após escovação) ( $p>0,05$ ).

Letras minúsculas na horizontal demonstram diferença significativa no peso quando comparado ao longo do tempo ( $p<0,05$ ).

**Quadro 1** - Imagens representativas da topografia de superfície, em Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV), dos grupos experimentais no *baseline* (antes) e após a simulação de escovação dentária.

Grupos (n=2)	Topografia de Superfície	
	Baseline	Após
Controle = KM		
KM + 3% de TiO <sub>2</sub>		
KM + 5% de TiO <sub>2</sub>		
KM + 7% de TiO <sub>2</sub>		

## 6 DISCUSSÃO

Neste estudo, verificou-se que a rugosidade de superfície das concentrações crescentes de  $\text{TiO}_2$  ao CIV (3%, 5% ou 7%) não diferiram estatisticamente do grupo controle tanto no *baseline* quanto após a simulação de escovação dentária. No *baseline*, esses achados podem ser explicados pelo fato desta nanotecnologia em formato tubular não afetar a sua distribuição na matriz do ionômero nem mesmo a ligação entre as partículas, não se aglomerando. Outro aspecto crítico é o tamanho da nanoestrutura e a combinação de estruturas de dimensão entre 1–100 nm com as partículas de vidro de maior dimensão que pode melhorar o envolvimento da matriz aos nanotubos e produzir uma rugosidade de superfície favorável para materiais dentários (Najeeb et al., 2016; Cibim et al., 2017). Corroborando com Cibim e colaboradores, 2017, que não verificou a influência da nanotecnologia na rugosidade superficial do ionômero de vidro.

Em contrapartida, ao se propor novas formulações de materiais restauradores indicados para classe V ou para tratamento restaurador atraumático envolvendo cúspides, por exemplo, deve-se considerar alguns aspectos clínicos como o comportamento da rugosidade após a simulação de escovação dentária. Embora os CIVs apresentem ação anti-cariogênica devido à liberação de flúor, maior rugosidade de superfície pode resultar em colonização e maturação mais rápida do biofilme bacteriano, aumentando assim o risco de cárie e a descoloração da restauração (Svanberg et al., 1990). Neste estudo foi demonstrado que a rugosidade de superfície do Ketac Molar EasyMix (controle) após o teste de abrasão, com 30.000 ciclos, aumentou 34% enquanto as concentrações de 5% e 7% de dióxido de titânio ao CIV apresentaram uma variação menor de rugosidade após escovação de 3,8% e 6,8%, respectivamente. Sugerindo a incorporação da nanotecnologia do CIV como estratégia promissora. Os achados do presente estudo corroboram com outros estudos que comparam cimentos ionoméricos com resinas nanoparticuladas após 30.000 ciclos de escovação, os materiais sem incorporação de nanotecnologia apresentaram maior rugosidade superficial após escovação simulada (Carvalho et al., 2012). Ainda, Nesi et al., (2010) estudaram o efeito de diferentes ciclos de escovação simulada (20.000, 50.000 e 100.000) e demonstraram que somente após 100.000 ciclos o Ketac Molar Easy Mix sem adição de nanoestruturas sofreu alteração significativa na resistência à abrasão. Ainda a literatura é muito controversa quando se compara a rugosidade superficial após a escovação entre os CIV's convencionais e modificados por resina. Ora apresenta valores de rugosidade superiores para os cimentos convencionais, ora rugosidade superior para os cimentos modificados por resina (de Gee et al., 1996; Peutzfeldt et al., 1997; Momoi et al., 1997; Xie et al., 2000; Carvalho et al., 2008). Essa variação ocorre porque a rugosidade superficial desses materiais depende: da resistência inerente dos principais constituintes dos

cimentos (matriz e partículas de vidro), do tamanho e forma das partículas de vidro, da adesão entre as partículas e a matriz (Peutzfeldt et al., 1997), e também do número de ciclos simulados, da pressão e velocidade da máquina bem como do tipo de abrasivo que o dentífrico possui (Heath e Wilson, 1976). Os resultados de rugosidade de superfície (Tabela 1) após a escovação estão de acordo com a topografia de superfície apresentadas no quadro 1, mostrando um desgaste mais homogêneo da matriz para os grupos com a presença da nanotecnologia, de modo que os nanotubos deslocados da matriz deixaram a superfície com defeitos e rugosidade menores comparados ao grupo controle. Com base nesses resultados, pode-se concluir que os nanotubos proporcionaram a esses materiais uma melhor característica superficial, diminuindo a rugosidade de superfície.

Uma das propriedades menos compreendidas é o desgaste de superfície de um material restaurador, pois pode envolver diferentes processos, como abrasão, aderência, fadiga e erosão, que pode não ser independente, mas pode relacionar um com o outro, afetando a função mastigatória (Sidhu et al., 1997; Poorzandpoush et al., 2017). Neste contexto, escolheu a simulação de escovação dentária para promover o desgaste, pois o uso de escovas dentais e dentífricos é o recurso universal mais empregado para a realização da higiene bucal. Além disso, o uso concomitante destes dois produtos abrasiona a superfície dentária e a das restaurações (Davis, 1978). Na escovação simulada *in vitro*, o desgaste é o resultado do atrito da superfície do material com a pasta de dentífrico e escova dental. Esta ação provoca a abrasão da matriz e a remoção das partículas do material. Neste contexto, todos os grupos experimentais do presente estudo apresentaram peso inicial significativamente maior que o final, revelando que o método da diferença de pesagens antes e depois da escovação simulada é um processo sensível, adequado e a sua representatividade é confiável (Antoniazzi e Nagen-Filho, 2003). Ainda, o grupo controle (Ketac Molar EasyMix) foi o que apresentou maior porcentagem de variação da perda de peso (3,8%) diferindo estatisticamente do grupo com 7% de dióxido de titânio. Pode-se observar menor perda de peso (em %) da adição de 5 e 7% de dióxido de titânio (Tabela 2), ou seja, a adição da nanotecnologia ao CIV aumentou a resistência ao desgaste. Essa propriedade pode estar associada ao aumento de dureza de superfície para os grupos com nanotubos de dióxido de titânio que foi relatado em outro estudo (Cibim e tal., 2017). Estes achados estão em concordância com outros estudos que ao adicionaram diferentes nanoestrutura a matriz do CIV convencional ou modificado por resina e verificaram melhora no desgaste de superfície após escovação simulada, monitorando a mudança de peso (Carvalho et al., 2012; Poorzandpoush et al., 2017). Este comportamento pode ser explicado pois a incorporação de nanoestruturas em materiais restauradores poderia promover um maior carregamento de carga com menor tamanho de partícula e, assim, forneceria uma redução no espaçamento interpartículas, que efetivamente protege a matriz, reduz a

incidência de esfoliação de preenchimento, e aumenta a resistência geral do material à abrasão (Turssi et al., 2001).

Deve-se considerar que somente alterações na rugosidade de superfície e na taxa de desgaste não podem prever totalmente o comportamento clínico dos materiais estudados. Outros aspectos, como adesão a dentina, resistência flexural e compressiva, liberação de flúor e microinfiltração marginal, podem também serem responsáveis por seu desempenho clínico. Portanto, modelos *in vitro* podem não necessariamente fornecer uma indicação completamente realista ao que acontece na cavidade bucal. Entretanto, considerando que este estudo propõe uma inovação tecnológica, os resultados obtidos são importantes, bem como os de outros estudos laboratoriais do mesmo grupo de pesquisa, para prever o comportamento da incorporação de nanotubos de  $\text{TiO}_2$  aos ionômeros de vidro convencionais.

## 7 CONCLUSÃO

Concluiu-se que a adição de nanotubos de  $\text{TiO}_2$  ao CIV convencional é estratégia promissora, pois não altera a rugosidade de superfície inicial do material bem como após o teste de abrasão que simula a escovação dentária. Além disso, a incorporação de  $\text{TiO}_2$  nas concentrações de 5 e 7% aumentou a resistência mecânica do CIV ao desgaste de superfície.

## REFERÊNCIAS

1. Abdalla AI, Alhadainy HA, García-Godoy F. Clinical evaluation of glass ionomers and compomers in Class V carious lesions. *Am J Dent*. 1997 Feb;10(1):18-20.
2. ANUSAVICE, K.J. & PHILLIPS - *Materiais Dentários*, 11a Ed. USA; 2005. P 471-486.
3. Antoniazzi RA, Nagen Filho H. Superficial Wear Evaluation of Composites, with Different Polymerization Technique. *Rev Biocienc*. 2003;9(4):11-8.
4. Arruda L.B., C. M. Santos, M. O. Orlandi, W. H. Schreiner, and P. N. Lisboa-Filho, "Formation and evolution of TiO<sub>2</sub> nanotubes in alkaline synthesis," *Ceramics International*, 2015, p. 2884–2891.
5. Carvalho FG, Sampaio CS, Fucio SB, Carlo HL, Correr-Sobrinho L, Puppim-Rontani RM. Effect of chemical and mechanical degradation on surface roughness of three glass ionomers and a nanofilled resin composite. *Oper Dent*. 2012 Sep-Oct;37(5):509-17.
6. Cibim DD, Saito MT, Giovani PA, Borges AFS, Pecorari VGA, Gomes O, et al. Novel Nanotechnology of TiO<sub>2</sub> Improves Physical-Chemical and Biological Properties of Glass Ionomer Cement. *Int J Biomater*. 2017:1-11.
7. Crisp S, Lewis BG, Wilson AD. Characterization of glass-ionomer cements. 1. Long term hardness and compressive strength. *J Dent*. 1976 Jul;4(4):162-6.
8. Davis WB. The cleansing, polishing, and abrasion of teeth and dental products. *J Cosmet Sci*. 1978;1:39-81.
9. De Gee AJ, van Duinen RN, Werner A, Davidson CL. Early and long-term wear of conventional and resin-modified glass ionomers. *J Dent Res*. 1996 Aug;75(8):1613-9.
10. 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 Nov;22(8):2703-2725. doi: 10.1007/s00784-018-2625-5.
11. 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 Jan;18(1):117-24. doi: 10.1007/s00784-013-0955-x.

12. Dowling AH, Stamboulis A, Fleming GJ. The influence of montmorillonite clay reinforcement on the performance of a glass ionomer restorative. *J Dent*. 2006 Nov;34(10):802-10.
13. 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 Feb;16(1):41-7. doi: 10.3290/j.jad.a30541.
14. 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 Sep;39(9):589-98. doi: 10.1016/j.jdent.2011.05.006.
15. Heath JR, Wilson HJ. Abrasion of restorative materials by toothpaste. *J Oral Rehabil*. 1976 Apr;3(2):121-38.
16. SB, Carvalho FG, Sobrinho LC, Sinhoreti MA, Puppim-Rontani RM. The influence of 30-day-old *Streptococcus mutans* biofilm on the surface of esthetic restorative materials--an in vitro study. *J Dent*. 2008 Oct;36(10):833-9. doi: 10.1016/j.jdent.2008.06.002
17. Freitas RA Jr. Nanodentistry. *J Am Dent Assoc*. 2000 Nov;131(11):1559-65.
18. Frencken JE. The state-of-the-art of ART restorations. *Dent Update*. 2014 Apr;41(3):218-20, 222-4.
19. 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 Apr;76(4):883-94.
20. Goldstein GR, Lerner T. The effect of toothbrushing on a hybrid composite resin. *J Prosthet Dent*. 1991 Oct;66(4):498-500.
21. Gu YW, Yap AU, Cheang P, Khor KA. Effects of incorporation of HA/ZrO<sub>2</sub> into glass ionomer cement (GIC). *Biomaterials*. 2005 Mar;26(7):713-20.
22. Holmgren CJ, Lo EC, Hu D. Glass ionomer ART sealants in Chinese school children-6-year results. *J Dent*. 2013 Sep;41(9):764-70. doi: 10.1016/j.jdent.2013.06.013.

23. Ilie N, Hickel R, Valceanu AS, Huth KC. Fracture toughness of dental restorative materials. *Clin Oral Investig*. 2012 Apr;16(2):489-98. doi:10.1007/s00784-011-0525-z.
24. Khademolhosseini MR, Barounian MH, Eskandari A, Aminzare M, Zahedi AM, Ghahremani D. Development of new Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/TiO<sub>2</sub> reinforced glass-ionomer cements (GICs) nano-composites. *J Basic Appl Sci Res* 2012;2:7526–29.
25. Kobayashi M, Kon M, Miyai K, Asaoka K. Strengthening of glass ionomer cement by compounding short fibres with CaO-P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>-SiO<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> glass. *Biomaterials*. 2000 Oct;21(20):2051-8.
26. Lucas ME, Arita K, Nishino M. Toughness, bonding and fluoride-release properties of hydroxyapatite-added glass ionomer cement. *Biomaterials*. 2003 Sep;24(21):3787-94.
27. Marković D, Petrović B, Perić T, Blagojević D. Microleakage, adaptation ability and clinical efficacy of two fluoride releasing fissure sealants. *Vojnosanit Pregl*. 2012 Apr;69(4):320-5.
28. McLean JW, Wilson AD. Fissure sealing and filling with an adhesive glass-ionomer cement. *Br Dent J*. 1974 Apr 2;136(7):269-76.
29. Meng Y, Xin G, Nam J, Cho SM, Chae H. Electro spray deposition of carbon nanotube thin films for flexible transparent electrodes. *J Nanosci Nanotechnol*. 2013 Sep;13(9):6125-9.
30. 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 8;15(1):118. doi: 10.1186/s12903-015-0108-5.
31. Mitra SB, Wu D, Holmes BN. An application of nanotechnology in advanced dental materials. *J Am Dent Assoc*. 2003 Oct;134(10):1382-90.
32. Momoi Y, Hirosaki K, Kohno A, McCabe JF. In vitro toothbrush-dentifrice abrasion of resin-modified glass ionomers. *Dent Mater*. 1997 Mar;13(2):82-8.
33. Moshaverinia A, Roohpour N, Chee W.W.L, Schricker S, 2011. A review of powder modifications in conventional glass-ionomer dental cements. *J. Mater. Chem*. 21, 1319–1328.

34. Najeeb S, Khurshid Z, Zafar MS, Khan AS, Zohaib S, Martí JM, Sauro S, Matinlinna JP, Rehman IU. Modifications in Glass Ionomer Cements: Nano-Sized Fillers and Bioactive Nanoceramics. *Int J Mol Sci*. 2016 Jul 14;17(7). pii: E1134. doi: 10.3390/ijms17071134.
35. Nesi J, Soares VA, Chibinski ACR, Santos FA, Reink S, Wambier DS. Estudos do Desgaste em Cimento de Ionômero de Vidro usado no ART Submetidos a Diferentes Ciclos de Escovação Simulada. *Anais do XIX EAIC*, 28 a 30 de outubro de 2010, Unicentro, Guarapuava – PR.
36. Nicholson JW, Croll TP. Glass-ionomer cements in restorative dentistry. *Quintessence Int*. 1997;28:705-13.
37. Peutzfeldt A, García-Godoy F, Asmussen E. Surface hardness and wear of glass ionomers and compomers. *Am J Dent*. 1997 Feb;10(1):15-7.
38. Poorzandpoush K, Omrani LR, Jafarnia SH, Golkar P, Atai M. Effect of addition of Nano hydroxyapatite particles on wear of resin modified glass ionomer by tooth brushing simulation. *J Clin Exp Dent*. 2017 Mar 1;9(3):e372-e376. doi:10.4317/jced.53455.
39. Peez R, Frank S. The physical-mechanical performance of the new Ketac Molar Easymix compared to commercially available glass ionomer restoratives. *J Dent*. 2006 Sep;34(8):582-7.
40. Pereira LC, Nunes MC, Dibb RG, Powers JM, Roulet JF, Navarro MF. Mechanical properties and bond strength of glass-ionomer cements. *J Adhes Dent*. 2002 Spring;4(1):73-80.
41. Rios D, Honório HM, de Araújo PA, Machado MA. Wear and superficial roughness of glass ionomer cements used as sealants, after simulated toothbrushing. *Pesqui Odontol Bras*. 2002 Oct-Dec;16(4):343-8
42. Sakaguchi RL, Douglas WH, DeLong R, Pintado MR. The wear of a posterior composite in an artificial mouth: a clinical correlation. *Dent Mater*. 1986 Dec;2(6):235-40.
43. Sidhu SK, Sherriff M, Watson TF. In vivo changes in roughness of resin-modified glass ionomer materials. *Dent Mater*. 1997 May;13(3):208-13.
44. Svanberg M, Mjör IA, Orstavik D. Mutans streptococci in plaque from margins of amalgam, composite, and glass-ionomer restorations. *J Dent Res*. 1990 Mar;69(3):861-4.
45. Turssi CP, de Magalhães CS, Serra MC, Rodrigues Júnior AL. Surface roughness assessment of resin-based materials during brushing preceded by pH-cycling simulations. *Oper Dent*. 2001 Nov-Dec;26(6):576-84

46. Tyas MJ, Burrow MF. Adhesive restorative materials: a review. *Aust Dent J.* 2004 Sep;49(3):112-21; quiz 154
47. Xie D, Brantley WA, Culbertson BM, Wang G. Mechanical properties and microstructures of glass-ionomer cements. *Dent Mater.* 2000 Mar;16(2):129-38
48. Van Dijken JW. 3-year clinical evaluation of a compomer, a resin-modified glass ionomer and a resin composite in Class III restorations. *Am J Dent.* 1996 Oct;9(5):195-8.
49. Vimbela GV, Ngo SM, Frazee C, Yang L, Stout DA. Antibacterial properties and toxicity from metallic nanomaterials. *Int J Nanomedicine.* 2017 May 24;12:3941-3965. doi: 10.2147/IJN.S134526.
50. Wetzel B, Rosso P, Hauptert F, Friedrich K. Epoxy nanocomposites-fracture and toughening mechanisms. *Engineering Fracture Mechanics* 2006;73:2375-98.
51. 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 Mar;23(3):343-62.
52. 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.
53. Yli-Urpo H, Lassila LV, Närhi T, Vallittu PK. Compressive strength and surface characterization of glass ionomer cements modified by particles of bioactive glass. *Dent Mater.* 2005 Mar;21(3):201-9.
54. Zanata RL, Fagundes TC, Freitas MC, Lauris JR, Navarro MF. Ten-year survival of ART restorations in permanent posterior teeth. *Clin Oral Investig.* 2011 Apr;15(2):265-71. doi: 10.1007/s00784-009-0378-x
55. Zhao J e Xie D. Effect of Nanoparticles on Wear Resistance and Surface Hardness of a Dental Glass-ionomer Cement. *Journal of Composite Materials* 2009;43:2739-52.

## ANEXOS

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

TCC FINAL MOL			
RELATÓRIO DE ORIGINALIDADE			
<b>22%</b>	<b>21%</b>	<b>6%</b>	<b>7%</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>5%</b>
<b>2</b>	<b>www.sbpqo.org.br</b> Fonte da Internet		<b>4%</b>
<b>3</b>	<b>repositorio.unesp.br</b> Fonte da Internet		<b>3%</b>
<b>4</b>	<b>Submitted to Universidade Estadual de Campinas</b> Documento do Aluno		<b>1%</b>
<b>5</b>	<b>www.bv.fapesp.br</b> Fonte da Internet		<b>1%</b>
<b>6</b>	<b>sbpqo.org.br</b> Fonte da Internet		<b>1%</b>
<b>7</b>	<b>institutowerneck.com.br</b> Fonte da Internet		<b>1%</b>
<b>8</b>	<b>cdmf.org.br</b> Fonte da Internet		<b>1%</b>

## Anexo 2 – Iniciação Científica



## VISUALIZAÇÃO DE DESPACHO

<b>Processo</b>	2017/03005-4
<b>Linha de Fomento</b>	Programas Regulares / Bolsas / No País / Iniciação Científica - Fluxo Contínuo
<b>Situação</b>	Encerrado
<b>Vigência</b>	01/09/2017 a 31/08/2018
<b>Beneficiário</b>	Marcela Oliveira Lazzarini
<b>Responsável</b>	Kamila Rosamília Kantovitz
<b>Vínculo Institucional do Processo</b>	Faculdade de Odontologia de Piracicaba/FOP/UNICAMP

## Folha de Despacho

## Datas do Despacho

<b>Emitido em :</b>	12/11/2018
---------------------	------------

## Objetos de análise

<b>Objeto de análise</b>	<b>Data de Submissão</b>	<b>Resultado</b>
Relatório Científico 2	10/09/2018	Aprovado com Críticas