

## Rugosidade Superficial e Microdureza de Resina Composta Reforçada por Nanotubos de Titânio: Revisão das Aplicações Utilizando Método Hidrotérmico

*Surface Roughness and Microhardness of Composite Resin Reinforced by Titanium Nanotubes: Review of Applications Using Hydrothermal Method*

*Rugosidad Superficial y Microdureza de Resina Compuesta Reforzada con Nanotubos de Titanio: Revisión de Aplicaciones Utilizando el Método Hidrotérmico*

Graduação em Odontologia, Faculdade de Odontologia de Araçatuba, Universidade Estadual Paulista (UNESP) 16015-050 Araçatuba – SP, Brasil  
<https://orcid.org/0000-0002-2761-8869>

João Pedro Justino de Oliveira **LIMÍRIO**

16015-050 Araçatuba – SP, Brasil  
<https://orcid.org/0000-0002-8620-8480>

Leda Maria Pescinini **SALZEDAS**

Professora Assistente Doutora, Departamento de Diagnóstico e Cirurgia, Faculdade de Odontologia de Araçatuba, Universidade Estadual Paulista (UNESP) 16 015-050 Araçatuba – SP, Brasil  
<https://orcid.org/0000-0001-9017-0473>

Paulo Noronha **LISBOA FILHO**

Professor Titular, Departamento de Física e Meteorologia, Faculdade de Ciências de Bauru Universidade Estadual Paulista (UNESP) 17033-360 Bauru – SP, Brasil  
<https://orcid.org/0000-0002-7734-4069>

Maria Cristina Rosifini **ALVES REZENDE**

Professora Associada, Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese, Faculdade de Odontologia de Araçatuba, Universidade Estadual Paulista (UNESP) 16 015-050 Araçatuba – SP, Brasil  
<https://orcid.org/0000-0002-1327-9667>

### Resumo

As resinas compostas se diferem em seus componentes inorgânicos quanto ao tipo de partícula, tamanho e percentagem em peso de acordo com o compósito. As partículas maiores são muitas vezes associadas a um descolamento importante da matriz e, portanto, a uma maior porosidade da restauração. Recentemente, a introdução de partículas de tamanho nanométrico nos compósitos híbridos tem permitido combinar características mecânicas com um procedimento mais fácil de polimento, resultando em uma menor rugosidade superficial. Sabe-se que o meio bucal é o maior responsável pela degradação química das resinas compostas, não só pelos ácidos formados pelo biofilme, os quais potencializam a hidrólise do material com conseqüente alteração da textura superficial, como também pelas forças de abrasão e compressão, além das alterações térmicas, responsáveis pelo envelhecimento do material. Nesse ambiente tão íngreme e desafiador, potencializado pela diferença de dureza entre as partículas inorgânicas e a matriz resinosa, a lisura superficial das resinas compostas, obtida imediatamente após o acabamento e polimento da restauração confeccionada, sofre alterações. Uma estratégia para melhorar as propriedades das resinas compostas é o uso da nanotecnologia pelo potencial em modificar significativamente as propriedades da matriz polimérica. Em especial as nanopartículas de titânio possuem algumas propriedades desejáveis tais como: biocompatibilidade, estabilidade no meio bucal, atividade antimicrobiana e ainda podem aumentar a resistência do material aos esforços mastigatórios. A literatura tem sugerido sua incorporação aos materiais odontológicos com o propósito de auxiliar na descontaminação de materiais utilizados na confecção restaurações, contribuindo assim para o controle da infecção. Com base nessas considerações, o propósito desse trabalho é revisar o comportamento de superfície de resinas reforçadas por nanotubos de titânio obtidos pelo método hidrotérmico.

**Descritores:** Resinas Compostas; Propriedades de Superfície; Nanotubos.

### Abstract

Composite resins differ in their inorganic components in terms of particle type, size and weight percentage depending on the composite. Larger particles are often associated with significant detachment from the matrix and, therefore, greater porosity of the restoration. Recently, the introduction of nanometer-sized particles in hybrid composites has allowed combining mechanical characteristics with an easier polishing procedure, resulting in lower surface roughness. It is known that the oral environment is the main responsible for the chemical degradation of composite resins, not only by the acids formed by the biofilm, which enhance the hydrolysis of the material with consequent alteration of the surface texture, but also by the forces of abrasion and compression, in addition to of the thermal alterations, responsible for the aging of the material. In such a steep and challenging environment, enhanced by the difference in hardness between the inorganic particles and the resin matrix, the surface smoothness of the composite resins, obtained immediately after finishing and polishing the restoration made, undergoes changes. A strategy to improve the properties of composite resins is the use of nanotechnology due to its potential to significantly modify the properties of the polymeric matrix. Titanium nanoparticles have some desirable properties such as: biocompatibility, stability in the oral environment, antimicrobial activity and can even increase the resistance of the material to masticatory efforts. The literature has suggested its incorporation into dental materials with the aim of assisting in the decontamination of materials used in the manufacture of restorations, thus contributing to infection control. Based on these considerations, the purpose of this work is to review the surface behavior of resins reinforced by titanium nanotubes obtained by the hydrothermal method.

**Descriptors:** Composite Resins; Surface Properties; Nanotubes.

### Resumen

Las resinas compuestas difieren en sus componentes inorgánicos en términos de tipo de partícula, tamaño y porcentaje de peso según el compuesto. Las partículas más grandes a menudo se asocian con un desprendimiento significativo de la matriz y, por lo tanto, con una mayor porosidad de la restauración. Recientemente, la introducción de partículas de tamaño nanométrico en los compuestos híbridos ha permitido combinar las características mecánicas con un procedimiento de pulido más sencillo, lo que se traduce en una menor rugosidad superficial. Se sabe que el medio bucal es el principal responsable de la degradación química de las resinas compuestas, no sólo por los ácidos formados por el biofilm, que favorecen la hidrólisis del material con la consiguiente alteración de la textura superficial, sino también por las fuerzas de abrasión y compresión, además de las alteraciones térmicas, responsables del envejecimiento del material. En un entorno tan escarpado y desafiante, potenciado por la diferencia de dureza entre las partículas inorgánicas y la matriz de resina, la lisura superficial de las resinas compuestas, obtenidas inmediatamente después del acabado y pulido de la restauración realizada, sufre cambios. Una estrategia para mejorar las propiedades de las resinas compuestas es el uso de la nanotecnología debido a su potencial para modificar significativamente las propiedades de la matriz polimérica. En particular, las nanopartículas de titanio tienen algunas propiedades deseables como: biocompatibilidad, estabilidad en el medio bucal, actividad antimicrobiana e incluso pueden aumentar la resistencia del material a los esfuerzos masticatorios. La literatura ha sugerido su incorporación a los materiales dentales con el objetivo de ayudar en la descontaminación de los materiales utilizados en la fabricación de restauraciones, contribuyendo así al control de infecciones. En base a estas consideraciones, el propósito de este trabajo es revisar el comportamiento superficial de resinas reforzadas con nanotubos de titanio obtenidas por el método hidrotermal.

**Descriptores:** Resinas Compuestas; Propiedades de Superficie; Nanotubos.

### INTRODUÇÃO

Nas últimas décadas, modificações na

formulação das resinas compostas repercutiram em melhor desempenho clínico do material, seja

pelo uso de fotoiniciadores mais estáveis, conferindo maior estabilidade de cor, seja pela incorporação de partículas de carga em escala nano, aumentando a resistência do material ao desgaste<sup>1</sup>. As resinas compostas, por longos anos foram consideradas materiais com propriedades mecânicas inadequadas e resistência ao desgaste questionável em áreas de contato para servir como substitutos totais para o amálgama dentário em dentes posteriores<sup>1</sup>. De um modo geral as propriedades mecânicas dos nanocompósitos são geralmente comparáveis às dos compósitos híbridos, porém superiores às dos compósitos microparticulados. Alzraikat et al.<sup>2</sup> destacam que os nanocompósitos apresentam menor desgaste abrasivo que os híbridos, mas maiores valores de sorção, com desempenho clínico comparável ao dos compósitos híbridos. Lin et al.<sup>3</sup> apontam que uma resina composta ideal deve demonstrar superfície lisa após o polimento e alto valor de dureza para proporcionar longevidade à restauração.

A introdução de partículas de tamanho nanométrico nos compósitos híbridos tem permitido combinar características mecânicas com um procedimento mais fácil de polimento, resultando em uma menor rugosidade superficial e maior durabilidade<sup>3</sup>. Sabe-se que o meio bucal é o maior responsável pela degradação química das resinas compostas, não só pelos ácidos formados pelo biofilme, os quais potencializam a hidrólise do material com consequente alteração da textura superficial, como também pelas forças de abrasão e compressão, além das alterações térmicas, responsáveis pelo envelhecimento do material<sup>4</sup>. Nesse ambiente tão íngreme e desafiador, potencializado pela diferença de dureza entre as partículas inorgânicas e a matriz resinosa, a lisura superficial das resinas compostas, obtida imediatamente após o acabamento e polimento da restauração confeccionada, sofre alterações<sup>5</sup>. Uma estratégia para melhorar as propriedades das resinas compostas é o uso da nanotecnologia pelo potencial em modificar significativamente as propriedades da matriz polimérica. Em especial as nanopartículas de titânio possuem algumas propriedades desejáveis tais como: biocompatibilidade, estabilidade no meio bucal, atividade antimicrobiana e ainda podem aumentar a resistência do material aos esforços mastigatórios<sup>4</sup>. Roy et al.<sup>5</sup> ressaltam que óxidos nanométricos, tais como nanotubos de titânio, são capazes de ofertar propriedades

físicas e químicas únicas devido ao seu pequeno tamanho e alta densidade de sítios de superfície, o que aumenta sobremaneira sua reatividade e interação com o meio ambiente

A literatura tem sugerido a incorporação de óxidos nanoparticulados, em especial óxido de titânio, aos materiais odontológicos com o propósito de auxiliar na descontaminação de materiais utilizados na confecção restaurações, contribuindo assim para o controle da infecção. O poder bactericida do óxido de titânio (TiO<sub>2</sub>) foi comprovado na inativação de microorganismos tais como *Lactobacillus acidophilus*, *Sacharomyces cerevisiae* e *Escherichia Coli*. Com base nessas considerações, o propósito desse trabalho é revisar o comportamento de superfície de resinas reforçadas por nanotubos de titânio obtidos pelo método hidrotérmico<sup>6</sup>.

#### MÉTODO HIDROTÉRMICO

Além da síntese hidrotérmica, modelagem estrutural e anodização também são métodos de síntese de nanotubos de titânio. A obtenção dos nanotubos de titanatos de sódio por meio do tratamento hidrotérmico, caracterizado pelo alinhamento aleatório (formação do pó) foi introduzida por Kasuga et al.<sup>7</sup> utilizando soluções aquosas de NaOH (hidróxido de sódio) e tendo como precursores nanopartículas de óxido de titânio<sup>7</sup>. Nesta nova rota de síntese. Os autores utilizaram o método hidrotermal na produção de nanotubos de TiO<sub>2</sub> na fase anatásio pelo processo sol-gel, com diâmetro médio de 6 nm<sup>7</sup>.

Para Trota Filho<sup>8</sup> as principais vantagens do método hidrotérmico são a facilidade em se obter a morfologia nanotubular; as variações na condição síntese como agentes de melhoria das propriedades dos nanotubos e a possibilidade de aumento na escala de produção. O autor aponta como desvantagens o longo tempo de duração do processo, a necessidade de adição de NaOH concentrado e a dificuldade na obtenção do tamanho uniforme dos nanotubos.

Para Lima<sup>9</sup>, a síntese de nanotubos pelo método hidrotérmico encontra grande aplicação em razão de sua simplicidade metodológica e reprodutibilidade em larga escala. A síntese de nanotubos decorre da mistura do óxido de titânio em pó a uma solução concentrada de NaOH, mantidos sob aquecimento em autoclave. Ou e Lo<sup>10</sup> acrescentam a vantagem do método na medida em que sintetiza nanoestruturas de fase pura em uma reação de única etapa, reprodutível e de baixo custo.

Wang et al.<sup>11</sup> descrevem o mecanismo

de formação de nanotubos pelo método hidrotérmico como aquele resultante da união dos íons sódio aos íons titânio, formando camadas alternadas de íons sódio e titânio, que colapsam em planos periódicos no processo de lavagem, culminando na formação de estruturas tubulares.

#### **NANOTUBOS X RUGOSIDADE X MICRODUREZA**

O efeito do peróxido de carbamida 15%, peróxido de hidrogênio 40% e do envelhecimento na rugosidade superficial e microdureza de resina composta reforçada por nanotubos foi estudado por Marques et al.<sup>12</sup>. Para tanto, foram confeccionados 60 discos (Grupo A – Resina Não Reforçada) 10mm de diâmetro x 2mm de espessura de resina composta (Filtek Z-250XT) e 60 discos (Grupo B – Resina Reforçada) 10mm de diâmetro x 2mm de espessura resina composta Filtek Z-250 XT reforçada com nanotubos de titânio (TiO<sub>2</sub>), sintetizados pelo método hidrotérmico, na concentração de 0.02% em massa, utilizando matriz de teflon na cor preta, do tipo estojo, contendo uma perfuração central de 10 mm de diâmetro e 2 mm de espessura. Todos os espécimes foram polidos após 24 horas. Rugosidade superficial inicial e a microdureza foram mensuradas e os espécimes dos grupos A e B foram divididos aleatoriamente em seis grupos (n=10): G1-Controle (água destilada); GII (Opalescence PF 15%, Ultradent, Products Inc, Brasil); GIII (Opalescence Boost PF 40% Ultradent, Products Inc, Brasil); GIV (Água Destilada + Envelhecimento); GV (Opalescence PF 15%, Ultradent, Products Inc, Brasil + Envelhecimento); GVI (Opalescence Boost PF 40% Ultradent, Products Inc, Brasil + Envelhecimento). Nos grupos II e V Opalescence PF 15% (Figura 4) foi aplicado uma vez ao dia por 4 horas durante 2 semanas. Nos espécimes dos grupos III e VI Opalescence Boost PF 40% (Figura 5) foi aplicado por 20 minutos. Nos grupos I e IV, os espécimes foram imersos em 50 ml de água destilada, por 4 horas diárias durante 2 semanas. Na sequência os espécimes foram submetidos ao envelhecimento ou não, de acordo com o grupo a que pertenciam, utilizando autoclave (Phoenix AB 25, São Carlos – Brasil), de tal modo que para envelhecimento acelerado foram submetidos a 6 ciclos de 1 hora cada da seguinte forma: 10 minutos de aquecimento, 20 minutos em vapor a 134° C (sob pressão 2,2 kgf/cm<sup>2</sup>) e 30 minutos de secagem a 120°C, simulando 10,5 anos de envelhecimento “in vivo”. Todos os espécimes, após o tratamento

do grupo foram imersos em água destilada por 7 dias em estufa digital calibrada em 37°C. Os dados de rugosidade superficial e microdureza obtidos foram submetidos ao teste de Kruskal-Wallis e não foram encontradas diferenças significantes para microdureza. O aumento da rugosidade superficial foi observado no grupo não reforçado para a condição peróxido de hidrogênio 40% envelhecida e não envelhecida. Peróxido de carbamida 15%, peróxido de hidrogênio 40% e envelhecimento não promoveram diferenças estatísticas para rugosidade superficial nos demais grupos.

Utilizando nanotubos de titânio obtidos pelo método de síntese hidrotérmica, Marques et al.<sup>13</sup> avaliaram a influência de diferentes bebidas e envelhecimento na rugosidade superficial e microdureza de resina composta reforçada por nanotubos de titânio. Para tanto, foram confeccionados 80 discos (Grupo A não reforçada) com 10mm de diâmetro x 2mm de espessura de resina composta (Filtek Z-250XT) e 80 discos (Grupo B reforçada) com 10mm de diâmetro x 2mm de espessura resina composta (Filtek Z-250 XT) reforçada por nanotubos de titânio (TiO<sub>2</sub>), sintetizados pelo método hidrotérmico. Todos os espécimes foram polidos após 24 horas. A rugosidade superficial inicial e a microdureza foram mensuradas e os espécimes dos grupos A e B foram subdivididos aleatoriamente em oito grupos (n=10): G1 (saliva artificial); GII (refrigerante de cola); GIII (suco de laranja), GIV (vinho tinto), GV (saliva artificial + envelhecimento); GVI (refrigerante de cola + envelhecimento); GVII (suco de laranja + envelhecimento), GVIII (vinho tinto + envelhecimento). Todos os espécimes foram submetidos aos ensaios de microdureza Knoop e rugosidade superficial (tempo zero). A dureza Knoop das amostras foi avaliada utilizando microdurômetro Shimadzu 2000 (5 penetrações com carga de 25 gf/40 segundos nas distâncias 30 µm, 60 µm, 90 µm, 120 µm e 250µm). A rugosidade superficial foi avaliada com auxílio de rugosímetro (Mitutoyo SJ-401), velocidade de 0,1 mm/s, comprimento de leitura de 4.00 mm e Cut Off 0.8mm (3 medições em cada amostra, considerando-se a média aritmética em micrometros (µm) como valor de rugosidade final. Na sequência, os espécimes foram imersos nas suas respectivas soluções 5 vezes/dia, por 5 minutos, por 30 dias. Após o período de imersão, os espécimes dos subgrupos envelhecidos foram submetidos ao envelhecimento acelerado de Chevalier: seis ciclos de autoclavagem de 1 hora, sendo 10

minutos de aquecimento, 20 em vapor a 134°C, sob pressão de 2,2 kgf/cm<sup>2</sup>, e 30 minutos de secagem a 120°C. Em seguida, todos os espécimes foram submetidos aos ensaios de microdureza Knoop e rugosidade superficial (tempo 30 dias). Os dados obtidos para rugosidade superficial e microdureza foram submetidos ao teste de Kruskal-Wallis e não foram encontradas diferenças significantes para microdureza. O aumento da rugosidade superficial foi observado no grupo não-reforçado para as condições suco de laranja e refrigerante de cola, nas condições envelhecida e não envelhecida. As diferentes bebidas não promoveram diferenças estatísticas para rugosidade superficial nos demais grupos.

Santos et al.<sup>4</sup>, também associando nanotubos de titânio obtidos pelo método hidrotérmico a resina composta comercialmente disponível, estudaram a influência de enxaguatórios bucais na rugosidade superficial e microdureza de uma resina composta reforçada por nanotubos de titânio. Foram confeccionados 20 discos para o Grupo A (Grupo A – resina composta não reforçada - NR) com 10mm de diâmetro x 2mm de espessura de resina composta (Filtek Z-250XT) e 20 discos para o Grupo B (Grupo B – resina composta reforçada - R) com 10mm de diâmetro x 2mm de espessura resina composta (Filtek Z-250 XT – 3M ESPE St. Paul, Mn, USA) reforçada por nanotubos de titânio (TiO<sub>2</sub>), sintetizados pelo método hidrotérmico, na concentração de 0.02% em massa. Todos os espécimes foram polidos após 24 horas. A rugosidade superficial inicial foi mensurada (t=0) e os espécimes dos grupos A e B foram divididos aleatoriamente em quatro grupos (n=5): G1-Controle (água destilada); GII (Colgate® Plax Fresh Mint); GIII (Listerine® Whitening Extreme) e GIV (Oral B® PróSaúde). Os espécimes foram imersos em 50ml de uma das soluções, por 12 horas, equivalente a um ano de uso diário da solução por 2 minutos. Os enxaguatórios foram agitados a cada hora, com o intuito de evitar o equilíbrio químico na superfície da restauração e foram mantidos em estufa digital calibrada em 37°C. Após o período de ciclagem nos enxaguatórios bucais todos os espécimes foram submetidos à limpeza sônica em água destilada por 2 minutos e imersos em água destilada por 30 dias em estufa digital calibrada em 37°C. Após esse período os espécimes foram submetidos a novos ensaios de rugosidade superficial (t=30). A rugosidade superficial foi avaliada com auxílio de

rugosímetro (Mitutoyo, modelo SJ-401), com velocidade de 0,1 mm/s, comprimento de leitura de 4.00 mm e filtro de medição (Cut Off) de 0.8mm. Foram realizadas 3 medições em cada amostra, sendo considerado o valor de rugosidade final a média aritmética em micrometros (µm). Os dados obtidos foram tabulados e submetidos à análise estatística e revelaram que, quando analisada a rugosidade superficial, houve diferença significativa quando comparadas as resinas reforçadas e não-reforçada nas seguintes condições: não-reforçada Colgate® Plax Fresh Mint mostrou maior rugosidade que os espécimes confeccionados com resina reforçada e imersos em gua destilada, Colgate® Plax Fresh Mint e Oral B® Pró-Saúde. A condição não-reforçada Listerine® Whitening Extreme apresentou maior rugosidade que os espécimes confeccionados com resina reforçada e imersos em água destilada e Oral B® Pró-Saúde.

Guimarães et al.<sup>14</sup> investigaram a influência de nanoestruturas de TiO<sub>2</sub> sintetizadas e funcionalizadas, usando 3-aminopropil)trióxissilano (APTMS) e 3-trimetoxisilil)propil metacrilato (TSMMP) sobre a microdureza de resinas compostas reforçadas. Resinas compostas contendo Bis-GMA/TEGDMA, CQ, DABE e vidro de silicato de bário-alumínio foram produzidas de acordo com a nanoestrutura de TiO<sub>2</sub> (nanotubo ou nanopartícula), concentração (0,3 ou 0,9% em peso) e funcionalização (APTMS ou TSMMP). A quantidade de cargas foi mantida constante em 78,3% em peso para todos os grupos. A microdureza Knoop foi mensurada antes e depois do amaciamento do material com etanol. Os dados foram analisados com ANOVA two-way com medidas repetidas e HSD de Tukey (α = 0,05). Os autores observaram que a microdureza diminuiu após o amolecimento com etanol em todos os grupos, exceto para nanotubos de 0,3% em peso de TMPMS, nanotubos de 0,9% em peso de TMPMS e nanopartículas não funcionalizadas de 0,3% em peso.

Stürmer et al.<sup>15</sup> estudaram o efeito da incorporação de nanotubos (nt-Ti<sub>2</sub>) obtidos pelo método hidrotérmico e funcionalizados com metacrilato de triazina (nt-TiO<sub>2</sub>:TAT) sobre a microdureza de uma resina adesiva experimental, formulada com bisfenol A glicerolato dimetacrilatos, 2-hidroxietil metacrilato e sistema fotoiniciador/co-iniciador, à qual foi incorporado nt-TiO<sub>2</sub> ou nt-TiO<sub>2</sub>:TAT a 2,5% e 5% em peso. A resina base sem

nt-TiO<sub>2</sub> ou nt-TiO<sub>2</sub>:TAT foi usada como grupo controle. Os resultados mostraram que os grupos com nt-TiO<sub>2</sub>:TAT apresentaram menor microdureza ( $p < 0,05$ ) que o grupo controle.

## DISCUSSÃO

Nas últimas décadas muitas propriedades das resinas compostas foram otimizadas, incluindo o tamanho da carga, buscando não só melhorar a resistência ao desgaste, como também obter superfícies altamente polidas<sup>1</sup>.

Oliveira et al.<sup>16</sup> destacam a importância da análise da microdureza em resinas compostas já que o teste avalia indiretamente a eficácia da polimerização e o grau de conversão dos monômeros em polímeros. Sabe-se da relação direta entre a microdureza e a longevidade do material<sup>17,18</sup>.

Goto et al.<sup>19</sup> ressaltam a alta relação superfície/volume os nanotubos, permitindo o intertravamento entre matriz e suas superfícies interna e externa. Moszner e Salz<sup>11</sup> acrescentam que o maior teor de carga alcançado pela incorporação de nanotubos resulta em menor contração de polimerização e melhores propriedades mecânicas.

Karaca et al.<sup>20</sup> estudaram os efeitos da adição de nanotubos de dióxido de titânio, na forma anatase, com diâmetro de 13 nm de diâmetro, sintetizados pelo método hidrotérmico, nos valores de sorção e solubilidade em água de uma resina composta fluida (Filtek Ultimate Flowable) e quatro resinas compostas bulk-fill fluidas (Filtek Bulk Fill Flowable, SDR Bulk Fill Flowable, Venus Bulk Fill, X-tra Base). Os autores observaram que o reforço de nanotubos de TiO<sub>2</sub> diminuiu significativamente os valores de sorção de água e solubilidade em diferentes períodos de avaliação em todas as resinas compostas, exceto para Venus ( $p < 0,05$ ).

Estudos conduzidos por Dafar et al.<sup>21</sup>, pontuando a importância do tratamento de superfície dos nanotubos de titânio para melhorar a compatibilidade com as matrizes resinadas, avaliaram o efeito da funcionalização de superfícies de nanotubos de titânio (silano e metacrilato) nas propriedades mecânicas da resina composta reforçada. Os autores concluíram que os compósitos reforçados demonstraram propriedades mecânicas superiores, com efeitos mínimos na fluidez e radiopacidade.

Ramos-Tonello et al.<sup>22</sup> investigaram a influência da adição de nanotubos de dióxido de titânio ao cimento resinado autoadesivo (RelyX U200™, 3M ESPE) sobre o grau de conversão,

sorção, solubilidade em água, propriedades mecânicas e biológicas, observando propriedades mecânicas melhoradas no material reforçado, sem comprometimento da sua biocompatibilidade. Para os autores, a possibilidade da incorporação dos óxidos em nanoescala aos materiais à base de resina quando da sua manipulação, se mostra alternativa vantajosa na busca de melhor desempenho clínico desses materiais.

## CONCLUSÃO

A incorporação de nanotubos de titânio, sintetizados pelo método hidrotérmico, às resinas compostas se mostra como alternativa promissora na Odontologia. As nanoestruturas tubulares, quando incorporadas ao material, produzem superfícies similares ou mais lisas, sem comprometimento da microdureza. Nanotubos de titânio funcionalizados também se mostraram capazes de otimizar o desempenho mecânico do material.

## REFERÊNCIAS

1. Ferracane JL. Current trends in dental composites. Crit Rev Oral Biol Med. 1995;6(4):302-18.
2. Alzraikat H, Burrow MF, Maghaireh GA, Taha NA. Nanofilled Resin Composite Properties and Clinical Performance: A Review. Oper Dent. 2018;43(4):E173-90
3. Lin GSS, Ghani NRNA, Ismail NH, Singbal K, Noorani TY, Mamat N. New Experimental Zirconia-Reinforced Rice Husk Nanohybrid Composite and the Outcome of Its Surface Roughness and Microhardness in Comparison with Commercialized Nanofilled and Microhybrid Composite Resins. Contemp Clin Dent. 2021;12(1):21-7.
4. Santos MCB, Alves Rezende MCR, Limírio JPJO, Lisboa Filho PN. Influência de enxaguatórios bucais na rugosidade superficial e microdureza de uma resina composta reforçada por nanotubos de titânio. In: Anais do XXXI Congresso de Iniciação Científica da UNESP. Anais. São Paulo (SP). 2019.
5. Roy P, Berger S, Schmuki P. TiO<sub>2</sub> nanotubes: synthesis and applications. Angew Chem Int Ed Engl. 2011;50(13):2904-39.
6. Ocampo RA, Echeverria FE. Antibacterial and Biological Behavior of TiO<sub>2</sub> Nanotubes Produced by Anodizing Technique. Crit Rev Biomed Eng. 2021;49(1):51-65.
7. Kasuga T, Hiramatsu M, Hoson A, Sekino T, Niihara K. Formation of Titanium Oxide Nanotube. Langmuir. 1998;14(4):3160-63.
8. Trota Filho J. Síntese de nanotubos de óxido de titânio para aplicações fotocatalíticas [tese].

- Rio de Janeiro: Universidade Federal do Rio de Janeiro; 2013.
9. Lima FMP. Síntese e caracterização de nanotubos de óxido de titânio pelo método hidrotérmico [monografia]. Curitiba – PR: Universidade Tecnológica Federal do Paraná (UTFP) Departamento Acadêmico de Química e Biologia. Bacharelado em Química Tecnológica; 2016.
  10. Ou HH, Lo SL. Review of titania nanotubes synthesized via the hydrothermal treatment: fabrication, modification, and application. Sep Purif Technol. 2007;58:179-91
  11. Wang W, Varghese OK, Paulose M, Grimes CA, Wang O, Dickey EC. A study on the growth and structure of titania nanotubes. J Mater Res. 2004;19:417-22.
  12. Marques BF, Alves Rezende MCR, Limírio JPJO, Lisboa-Filho PN. Efeito do peróxido de carbamida 15%, peróxido de hidrogênio 40% e do envelhecimento na rugosidade superficial e microdureza. In: Anais do XXXIV Congresso de Iniciação Científica da UNESP. Anais. São Paulo (SP). 2022.
  13. Marques BF, Alves Rezende MCR, Limírio JPJO, Lisboa-Filho PN. Resina composta reforçada por nanotubos de titânio: influência de diferentes bebidas e envelhecimento na rugosidade superficial e microdureza. In: Anais do XXXIII Congresso de Iniciação Científica da UNESP. Anais. São Paulo (SP). 2021.
  14. Guimarães GMF, Bronze-Uhle ES, Lisboa-Filho PN, Fugolin APP, Borges AFS, Gonzaga CC et al. Effect of the addition of functionalized TiO<sub>2</sub> nanotubes and nanoparticles on properties of experimental resin composites. Dent Mater. 2020;36(12):1544-56.
  15. Stürmer M, Garcia IM, Souza VS, Visioli F, Scholten JD, Samuel SMW et al. Titanium dioxide nanotubes with triazine-methacrylate monomer to improve physicochemical and biological properties of adhesives. Dent Mater. 2021;37(2):223-35.
  16. Oliveira IS, Marques VF, Casselli DSM. Avaliação da microdureza e da rugosidade de compósitos resinosos de uso direto e indireto. RFO UPF. 2015;20(1):28-38.
  17. Oberholzer TG, Du Preez IC, Kidd M. Effect of LED curing on the microleakage, shear bond strength and surface hardness of a resin-based composite restoration. Biomaterials 2005;26(18):3981-6.
  18. Peris AR, Mitsui FHO, Amaral CM, Ambrosano GMB, Pimenta LA. The effect of composite type on microhardness RFO, Passo Fundo, v. 20, n. 1, p. 28-33, jan./abr. 2015 33 when using quartz-tungsten-halogen (QTH) or LED lights. Oper Dent 2005;30(5):649-54.
  19. Goto K, Tamura J, Shinzato S, Fujibayashi S, Hashimoto M, Kawashita M et al. Bioactive bone cements containing nano-sized titania particles for use as bone substitutes. Biomaterials. 2005;26(33):6496-505.
  20. Karaca MK, Kam Hepdeniz O, Esencan Turkaslan B, Gurdal O. The effect of functionalized titanium dioxide nanotube reinforcement on the water sorption and water solubility properties of flowable bulk-fill composite resins. Odontology. 2022;110(2):313-28.
  21. Dafar MO, Grol MW, Canham PB, Dixon SJ, Rizkalla AS. Reinforcement of flowable dental composites with titanium dioxide nanotubes. Dent Mater. 2016;32(6):817-26.
  22. Ramos-Tonello CM, Lisboa-Filho PN, Arruda LB, Tokuhara CK, Oliveira RC, Furuse AY et al. Titanium dioxide nanotubes addition to self-adhesive resin cement: Effect on physical and biological properties. Dent Mater. 2017;33(7):866-75.

#### CONFLITO DE INTERESSES

Os autores declaram não haver conflitos de interesse

#### AUTOR PARA CORRESPONDÊNCIA

##### **Maria Cristina Rosifini Alves Rezende**

Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese  
Faculdade de Odontologia de Araçatuba  
UNESP – Universidade Estadual Paulista  
Rua José Bonifácio, 1193 – Vila Mendonça  
16015-050 Araçatuba \_SP, Brasil  
E-mail: cristina.rosifini@unesp.br

Submetido em 29/12/2022

Aceito em 31/03/2023