

UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA  
CENTRO DE CIÊNCIAS DA SAÚDE  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA

**EFEITO DA INCORPORAÇÃO DE NITRATO DE  
CÉRIO NAS PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS E  
TÉRMICAS DE RESINAS ACRÍLICAS  
TERMOPOLIMERIZADAS**

**Débora e Silva Campos**

**SAPIENTIA AEDIFICAT**

2019

**DÉBORA E SILVA CAMPOS**

**EFEITO DA INCORPORAÇÃO DE NITRATO DE CÉRIO NAS  
PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS E TÉRMICAS DE RESINAS  
ACRÍLICAS TERMOPOLIMERIZADAS**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia, da Universidade Federal da Paraíba, como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Odontologia – Área de Concentração em Ciências Odontológicas.

Orientador: Prof. Dr. André Ulisses Dantas Batista

João Pessoa

2019

**Catálogo na publicação**  
**Seção de Catalogação e Classificação**

C198e Campos, Débora e Silva.

Efeito da incorporação de nitrato de cério nas propriedades físico-químicas e térmicas de resinas acrílicas termopolimerizadas / Débora e Silva Campos. - João Pessoa, 2019.  
57 f.

Orientação: André Ulisses Dantas Batista.  
Dissertação (Mestrado) - UFPB/CCS.

1. polimetil metacrilato. 2. cério. 3. propriedades de superfície. 4. estomatite sob prótese. I. Batista, André Ulisses Dantas. II. Título.

UFPB/BC

**DÉBORA E SILVA CAMPOS**

**EFEITO DA INCORPORAÇÃO DE NITRATO DE CÉRIO NAS  
PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS E TÉRMICAS DE RESINAS  
ACRÍLICAS TERMOPOLIMERIZADAS**

Banca Examinadora



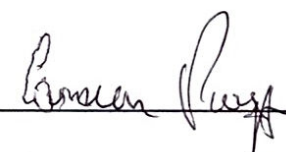
**Prof. Dr. André Ulisses Dantas Batista**

**Orientador – PPGO/UFPB**



**Prof. Dr. Paulo Rogério Ferreti Bonan**

**Examinador – PPGO/UFPB**



**Profa. Dra. Carmem Silvia Laureano Dalle Piagge**

**Examinador - UFPB**

## DEDICATÓRIA

*Aos meus pais, **Carlos e Conceição**,  
e à minha irmã, **Vanessa**, por sempre apoiarem  
minhas decisões e acreditarem em mim.*

## **AGRADECIMENTOS**

A Deus, por todas as bênçãos que acontecem em minha vida e pelas inúmeras graças alcançadas.

Aos meus pais, Carlos e Conceição, por serem meus exemplos e meu alicerce. Por sempre acreditarem que sou capaz e me estimularem a buscar pelos meus sonhos.

À minha irmã, Vanessa, pelos cuidados que tem comigo, além de ser minha inspiração e estar incondicionalmente ao meu lado apoiando minhas decisões.

À minha família, que mesmo distante se faz presente e contribuem diariamente com meu engrandecimento pessoal.

Ao meu orientador, Prof. André Ulisses, pela competência, profissionalismo e dedicação. Tem sido uma referência de profissional desde a especialização, compartilhando conhecimentos e acreditando no meu trabalho.

À Universidade Federal da Paraíba, por fornecer condições para o meu engrandecimento profissional.

À Isis, Faumana, Tereza e Rejane, pela amizade formada. Trouxeram leveza e me apoiaram bastante durante essa árdua etapa

Às amigas, por compreenderem os momentos de ausência e me darem forças para seguir em busca dos meus sonhos.

À Victor, por todo apoio e companheirismo.

Aos professores do PPGO, pela dedicação e por todos os ensinamentos necessários à formação.

Aos técnicos, Lucas, Rebeca e Patrícia, pelas contribuições relevantes e pelo auxílio dado para a construção deste trabalho.

A todos que diretamente ou indiretamente fizeram parte da minha formação, muito obrigada!

## RESUMO

**Introdução:** A colonização por microrganismos na base de prótese de polimetil metacrilato (PMMA) favorece o desenvolvimento de estomatite protética. O nitrato de cério (NC) demonstrou ser um efetivo antifúngico quando incorporado no PMMA, entretanto, propriedades físico-químicas e térmicas não foram analisadas.

**Objetivo:** Avaliar os efeitos da incorporação de NC em PMMA termopolimerizado por energia de micro-ondas nas propriedades físico-químicas e térmicas. **Materiais**

**e Métodos:** Um total de 130 discos (10x5mm) foi confeccionado em PMMA termicamente ativado, sendo obtidos 5 grupos (n=26), dos quais foram dois grupos controles (GC1-PMMA e GC2-PMMA+álcool) e três grupos experimentais contendo diferentes percentuais em massa de NC (NC-0,25%, NC-0,5% e NC-1%). A análise das superfícies foi feita por Microscopia Eletrônica de Varredura e rugosidade superficial ( $S_a$ ,  $S_z$  e  $S_q$ ) por perfilometria óptica. A cor foi verificada por espectrofotometria e analisada a diferença de cor ( $\Delta E$ ), tendo GC1-PMMA como referencial. Fluorescência de Raios X analisou a composição química das amostras. Análises térmicas de termogravimetria (TG) e calorimetria exploratória diferencial (DSC) verificaram, respectivamente, a perda de massa e o fluxo de calor, incluindo a temperatura de transição vítrea ( $T_g$ ). Os dados foram comparados estatisticamente pelo teste de ANOVA, complementado por Tukey ( $\alpha=0,05$ ).

**Resultados:** O grupo NC-1% apresentou significativamente maior rugosidade de superfície, atingindo valor para  $S_a$  (0,222 $\mu$ m) ligeiramente acima do limite de relevância clínica (0,2 $\mu$ m). As variações de cor apresentadas pelos grupos em relação ao GC1 foram aceitáveis clinicamente. A fluorescência de raios x detectou a presença do cério ( $CeO_2$ ) nas amostras experimentais. A perda de massa do PMMA não foi alterada de maneira significativa com a adição de álcool e/ou nitrato de cério. As curvas características da calorimetria exploratória diferencial confirmam a presença de nitrato de cério nos grupos experimentais e mostram que a  $T_g$  do PMMA não apresentou grandes modificações. **Conclusão:** Os grupos NC-0,25% e NC-0,5% incorporaram com sucesso o NC em sua composição, com pouca alteração de superfície, da cor e das propriedades térmicas do material resultante, sendo uma alternativa promissora como material de base protética.

**Palavras-chave:** polimetil metacrilato, cério, propriedades de superfície, estomatite sob prótese.

## ABSTRACT

**Introduction:** The colonization of polymethyl methacrylate (PMMA) by microorganisms favors the development of prosthetic stomatitis. Cerium nitrate (CN) has been shown to be effective antifungal when incorporated into PMMA, however, physical-chemical and thermal properties were not analyzed. **Objective:** To evaluate the effects of the incorporation of cerium nitrate in thermopolymerized PMMA by microwave energy in physicochemical and thermal properties. **Materials and Methods:** A total of 130 disks (10x5mm) were made in thermally activated PMMA. Five groups (n = 26) were obtained: two control groups (GC1-PMMA and GC2-PMMA + alcohol) and three experimental groups containing different percentages of cerium nitrate (NC-0.25%, NC-0.5% and NC-1%). Surface analysis was evaluated by Scanning Electron Microscopy and surface roughness. The color was checked by spectrophotometry and the color difference having GC1-PMMA as the reference. X-Ray Fluorescence analyzed the chemical composition of the samples. Thermal analysis of thermogravimetry and differential scanning calorimetry verified, respectively, the mass loss and the heat flow, including the glass transition temperature. **Results:** The NC-1% group presented significantly higher surface roughness, reaching a value for Sa (0.222µm) slightly above the limit of clinical relevance (0.2µm). The color variations presented by the groups relative to GC1-PMMA were clinically acceptable. X-ray fluorescence detected the presence of cerium in the experimental samples. The mass loss of PMMA was not significantly altered with the addition of alcohol and / or cerium nitrate. The characteristic curves of the differential scanning calorimetry confirm the presence of cerium nitrate in the experimental groups and show that the glass transition temperature of the PMMA did not show great modifications. **Conclusion:** The groups NC-0.25% and NC-0.5% presented better results in the surface analysis, being a promising alternative for the prevention of prosthetic stomatitis.

**Keywords:** polymethyl methacrylate, cerium, surface properties, stomatitis denture.

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

|                                                       |                                       |
|-------------------------------------------------------|---------------------------------------|
| a*                                                    | Vermelho-verde                        |
| b*                                                    | Amarelo-azul                          |
| Ce                                                    | Cério                                 |
| CIM                                                   | Concentração Inibitória Mínima        |
| Cm                                                    | Centímetro                            |
| DSC                                                   | Calorimetria exploratória diferencial |
| $\Delta E^*$                                          | Variação de cor                       |
| spp                                                   | espécies                              |
| °C                                                    | graus Celsius                         |
| CeO <sub>2</sub>                                      | Óxido de cério                        |
| Ce(N <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>                      | Nitrato de cério                      |
| C                                                     | Carbono                               |
| Ce(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> · 6H <sub>2</sub> O | Nitrato de cério hexahidratado        |
| EP                                                    | Estomatite Protética                  |
| FRX                                                   | Fluorescência de raios X              |
| g                                                     | Grama (unidade de medida de massa)    |
| GC                                                    | Grupo controle                        |
| L*                                                    | Luminosidade/brilho                   |
| LABIO                                                 | Laboratório Integrado de Biomateriais |
| MEV                                                   | Microscopia Eletrônica de Varredura   |
| µm                                                    | Micrômetro                            |
| mm                                                    | Milímetro                             |
| min.                                                  | Minuto                                |
| mg                                                    | Miligrama                             |

|      |                                 |
|------|---------------------------------|
| mL   | Mililitro                       |
| NBS  | National Bureau of Standards    |
| NC   | Nitrato de cério                |
| PMMA | Poli(metil metacrilato)         |
| Tg   | Temperatura de transição vítrea |
| TGA  | Termogravimetria                |
| UFPB | Universidade Federal da Paraíba |

## SUMÁRIO

|                                                  |           |
|--------------------------------------------------|-----------|
| <b>1. Introdução .....</b>                       | <b>1</b>  |
| <b>2. Capítulo 1 .....</b>                       | <b>6</b>  |
| <b>INTRODUÇÃO .....</b>                          | <b>8</b>  |
| <b>MATERIAIS E MÉTODOS .....</b>                 | <b>10</b> |
| Preparo das soluções de nitrato de cério.....    | 11        |
| Confecção dos corpos de prova .....              | 12        |
| Análises Realizadas.....                         | 13        |
| Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) .....  | 13        |
| Rugosidade Superficial .....                     | 13        |
| Parâmetros de cor.....                           | 14        |
| Fluorescência de Raios X (FRX).....              | 15        |
| Termogravimetria (TG) .....                      | 15        |
| Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC)..... | 16        |
| <b>RESULTADOS .....</b>                          | <b>16</b> |
| Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).....   | 16        |
| Rugosidade Superficial.....                      | 19        |
| Análise da cor.....                              | 21        |
| Fluorescência de Raios X.....                    | 24        |
| Termogravimetria .....                           | 25        |
| Calorimetria Exploratória Diferencial.....       | 25        |
| <b>DISCUSSÃO.....</b>                            | <b>26</b> |
| <b>CONCLUSÃO.....</b>                            | <b>33</b> |
| <b>REFERÊNCIAS.....</b>                          | <b>34</b> |
| <b>3. Considerações gerais .....</b>             | <b>41</b> |
| <b>4. Conclusão .....</b>                        | <b>42</b> |
| <b>5. Referências .....</b>                      | <b>43</b> |

## 1. INTRODUÇÃO

A transição demográfica, caracterizada pelo envelhecimento populacional, tem sido observada globalmente decorrente de uma menor mortalidade e um aumento da expectativa de vida, acontecendo de maneira mais intensa em países em desenvolvimento. Com as modificações do perfil epidemiológico, as perdas dentárias representam um problema de saúde pública, causando um impacto negativo na qualidade de vida. O uso de prótese dentária é indicado para a recuperação da capacidade mastigatória, para a melhoria do aspecto estético e da fonação dos indivíduos acometidos pela perda dental, impactando na qualidade de vida dos mesmos. De acordo com dados da Pesquisa Nacional de Saúde Bucal (SB Brasil 2010), 68,7% dos indivíduos examinados (idosos brasileiros na faixa etária de 65 a 74 anos) necessitam de prótese dentária, destacando-se a região Nordeste, com 82,9% de prevalência (1).

A resina acrílica, também conhecida como polimetil metacrilato (PMMA), é o material mais utilizado para a fabricação de próteses totais e parciais, além de outros diversos usos em Odontologia, visto que são capazes de reproduzir forma, tamanho e são passíveis de pigmentação, proporcionando resultados estéticos e funcionais satisfatórios. Além disso, são fáceis de manipular, tem baixo custo, biocompatibilidade e propriedades químicas e mecânicas adequadas (2,3).

Contudo, a principal desvantagem das próteses de PMMA é a facilidade de deposição de biofilme em sua superfície, resultando em colonização por microrganismos, que ocorre antes mesmo de atingir a mucosa palatina associada ao seu uso. Dessa forma, a resina acrílica pode atuar como um reservatório de microrganismos, destacando-se os fungos do gênero *Candida*, e influenciar no desenvolvimento de patologias bucais, como a estomatite protética (4,5).

A estomatite protética (EP) é uma condição inflamatória crônica e eritematosa da mucosa subjacente à área de uma prótese removível de indivíduos parcialmente ou totalmente edêntulos (6,7). Os pacientes geralmente são assintomáticos, no entanto, a sensação de queimação, halitose e/ou sabor alterado podem estar presentes (6,8).

É uma infecção multifatorial e de origem predominantemente fúngica, sendo a forma mais comum de infecção oral pelo gênero *Candida* (7,9–12), afetando em torno de 65% da população usuária de prótese (10). Embora diferentes microrganismos estejam envolvidos na EP, *Candida albicans* é a espécie mais frequentemente isolada. Apenas a presença de *Candida* spp. não causa frequentemente doença em indivíduos saudáveis (13), mas alguns fatores associados podem estar relacionados ao seu desenvolvimento, como: deficiência de higiene oral, redução do fluxo salivar, trauma por próteses mal adaptadas, imunossupressão e uso contínuo da prótese (4,8,12,14).

Existe uma diferença significativa na prevalência de *C. albicans* encontrada na superfície de próteses de pacientes acometidos por EP, sendo a probabilidade 20,6 vezes maior de cultivo nesses pacientes quando comparados aos sem estomatite (4). Isso demonstra que a prótese dentária pode servir de habitat para a alta densidade de biofilme, proporcionando um ambiente adequado para atuar como um reservatório de microrganismos, sendo primordial para a posterior infecção da mucosa (4,9,13). Inclusive, um estudo foi realizado em pacientes com EP onde não foi feito uso de medicação para estomatite, apenas a confecção de novas próteses e instrução de higiene oral e, após seis meses, observou-se uma redução da incidência de EP de 50,6% para 18,2%. (15)

Alguns fatores podem estar envolvidos na adesão de microrganismos na superfície acrílica, como a topografia/rugosidade de superfície, as microporosidades e a dureza. A topografia superficial e a rugosidade de superfície são bastante estudadas e já demonstraram influenciar significativamente na aderência de microrganismos e na formação de biofilmes (8). Estudos prévios sobre a adesão de *C. albicans* em resinas acrílicas mostraram um maior número de células presentes em superfícies mais irregulares (16, 17). A rugosidade e a presença de trincas proporcionam uma área de proteção ideal para os microrganismos, fornecendo nichos onde são protegidos contra medidas de higiene bucal e forças de cisalhamento, aumentando a probabilidade de permanecerem na superfície mesmo após a limpeza, além de aumentarem a área disponível para colonização, permitindo a formação de biofilmes volumosos e espessos. (8,16–20)

O tratamento para EP inclui diferentes estratégias, como: terapia antifúngica, procedimentos de limpeza mecânica e desinfecção química da prótese, desinfecção

por micro-ondas, substâncias naturais com propriedades antimicrobianas e até mesmo a substituição da prótese (10,21–23). A remoção mecânica e química não são métodos suficientes para promoverem uma desinfecção completa das próteses, principalmente na presença de microtrincas, poros e maior rugosidade superficial. (8,10,16–20)

Agentes antifúngicos de aplicação tópica são amplamente utilizados, sendo eficazes para aliviar os sinais e sintomas clínicos da EP associada à *Candida* spp., entretanto, podem afetar as propriedades de superfície do PMMA, favorecendo o aumento da adesão de microrganismos (24) ou podem não alcançar uma concentração terapêutica na superfície interna das próteses (25). Além disso, a formação de biofilmes aumenta a resistência contra a terapia antifúngica (8,10). Se os microrganismos não forem eficientemente removidos da prótese, a presença constante dos mesmos pode contribuir para a reinfecção do indivíduo após o tratamento, tendo como consequência uma alta taxa de recorrência clínica (12,13,25).

Tem sido um desafio desenvolver um PMMA modificado que proporcione condições desfavoráveis para a colonização de microrganismos (29). A modificação do PMMA com a inclusão de agentes antimicrobianos pode aumentar sua longevidade clínica, prevenindo a infecção da prótese dentária e um ciclo de reinfecção do paciente, sendo crucial no controle da doença (26,27).

Pesquisas vêm sendo realizadas com a incorporação de substâncias na resina acrílica, como vidro fluoretado, vanadato de prata nanoestruturado, nanopartículas de óxido de zinco, nanopartículas de prata, entre outras, (3,27,28,30–32) com o objetivo de se obter um material de base de prótese contendo propriedades biológicas (com redução da aderência de microrganismos) sem que se alterem negativamente as propriedades mecânicas e físicas.

Entre as substâncias antimicrobianas avaliadas recentemente, o cério (Ce), pertencente ao grupo dos lantanídeos, tem mostrado abordagens promissoras como agente terapêutico em ciências médicas, possuindo aplicações biológicas que incluem efeito antibacteriano e expressiva ação antifúngica sobre spp. do gênero *Candida*, apesar das suas propriedades farmacológicas ainda não terem sido totalmente exploradas. (34–37) Ainda não há um esclarecimento exato sobre o mecanismo de inibição do biofilme e suas propriedades antimicrobianas e fungicidas, no entanto,

sugere-se que há absorção de cério para o citoplasma com inibição da respiração celular, inibição do metabolismo da glicose e ruptura da membrana celular. (36–38)

Alguns estudos mostram o efeito positivo do cério no tratamento de pacientes com queimadura, onde apresenta atividade imunomoduladora (39–41). Um substituto ósseo bioativo contendo cério foi desenvolvido e apresentou um bom desempenho devido às suas propriedades antibacterianas efetivas e a capacidade de melhorar a resposta celular osteoblástica na regeneração óssea. (42) Também demonstrou ser promissor no revestimento de cateter e outros dispositivos médicos através de estudos *in vitro* e *in vivo* onde evidenciou atividade microbicida, capacidade de desorganizar e quase erradicar biofilmes pré-formados e, em baixas concentrações, apresentou efeito fungistático. (36–38)

Freire (2017) (43) avaliou a incorporação de nitrato de cério em resina acrílica utilizando como solvente DMSO/DMSO+Tween e obteve redução do biofilme de *C. albicans* e, no ensaio de aderência fúngica, houve inibição da formação de biofilme em dois grupos experimentais. Entretanto, a rugosidade superficial dos grupos experimentais foi maior e diferiu estatisticamente do grupo controle. Além das alterações de cor terem sido bastante visíveis, comprometendo seu uso clínico futuro.

Através do estudo de Freitas (2018) (44), que faz parte do nosso grupo de pesquisa, foi demonstrada a atividade antifúngica do nitrato de cério (utilizando álcool absoluto como solvente) incorporado em diferentes concentrações em uma resina acrílica termopolimerizada contra cepas de *C. albicans*, *C. tropicalis*, *C. glabrata* e *C. krusei* no ensaio *in vitro*, apresentando comportamento fungicida. De acordo com o estudo, os grupos experimentais contendo a incorporação em percentual de massa de NC-0,25%, NC-0,5% e NC-1% em discos de PMMA demonstraram quantidade bem menor de biofilme aderido à sua superfície quando comparado aos controles, observando que quanto maior a concentração de NC, menor a quantidade de biofilmes. Entretanto, o estudo avaliou apenas a atividade microbiológica do PMMA modificado com a incorporação de NC.

Em virtude das propriedades antimicrobianas que apresenta, a incorporação de nitrato de cério (NC) em PMMA pode atuar como uma nova alternativa de material

com eficácia contra os principais microrganismos associados às patologias bucais em pacientes usuários de prótese, destacando-se a estomatite protética.

A cor é um parâmetro considerado significativo na aparência estética das próteses e está relacionada com longevidade e aceitação pelo paciente (45,46). Com a incorporação de substância antimicrobianas no PMMA, é importante avaliar se as modificações da cor podem causar alterações que sejam clinicamente relevantes, podendo limitar o seu uso.

As análises térmicas dos materiais podem fornecer informações importantes para a caracterização dos mesmos, sendo possível identificar e quantificar eventos como a perda de massa, identificar os processos endotérmicos e exotérmicos, bem como a temperatura de transição vítrea (47).

Considerando que a adesão é o primeiro passo para a formação do biofilme, a capacidade do NC incorporado no PMMA em inibir/diminuir essa etapa é um importante dado a ser considerado na prevenção da estomatite protética, mas seu uso pode ser inútil se a resina acrílica testada for capaz de reter maiores quantidades de detritos, com maiores irregularidades na superfície, (26,30) ou resultar em efeitos deletérios sobre as propriedades físicas e térmicas, prejudicando características importantes, como estética e degradação do material.

Um estudo sobre o efeito da incorporação do nitrato de cério em diferentes concentrações na resina acrílica justifica-se pelo benefício potencial que possa apresentar na ação antimicrobiana associada à possível viabilidade de seu uso clínico baseado nas propriedades de superfície, físicas e térmicas, sendo um material alternativo para a prevenção de estomatite protética em usuários de próteses.

## **CAPÍTULO 1**

O manuscrito a seguir será submetido para publicação no periódico “The Journal of Prosthetic Dentistry”.

**Título:** Efeito da incorporação de nitrato de cério nas propriedades físico-químicas e térmicas de resinas acrílicas termopolimerizadas.

**Autores:** Débora e Silva Campos<sup>1</sup>; Rejane Haidée Borges de Freitas<sup>2</sup>; André Ulisses Dantas Batista<sup>3</sup>.

**Filiação:** <sup>1</sup>Mestranda em Ciências Odontológicas – UFPB; <sup>2</sup>Mestre em Ciências Odontológicas – UFPB; <sup>3</sup>Prof. Dr. do Programa de Mestrado em Ciências Odontológicas – UFPB.

**Declaração do problema:** A colonização por microrganismos da base de prótese de polimetil metacrilato (PMMA) favorece o desenvolvimento de estomatite protética. A incorporação de antimicrobianos no PMMA pode afetar as propriedades do material. **Objetivo:** Avaliar os efeitos da incorporação de nitrato de cério em PMMA termopolimerizado por energia de micro-ondas nas propriedades físico-químicas e térmicas. **Materiais e Métodos:** Um total de 130 discos (10x5mm) foi confeccionado em PMMA termicamente ativado, sendo obtidos 5 grupos (n=26): dos quais foram dois grupos controles (GC1-PMMA e GC2-PMMA+álcool) e três grupos experimentais contendo diferentes percentuais em massa de nitrato de cério (NC-0,25%, NC-0,5% e NC-1%). A análise das superfícies foi avaliada por Microscopia Eletrônica de Varredura e rugosidade superficial. A cor foi verificada por espectrofotometria e analisada a diferença de cor tendo GC1-PMMA como referencial. Fluorescência de Raios X analisou a composição química das amostras. Análises térmicas de termogravimetria e calorimetria exploratória diferencial verificaram, respectivamente, a perda de massa e o fluxo de calor, incluindo a temperatura de transição vítrea. Os dados foram comparados estatisticamente pelo teste de ANOVA, complementado por Tukey ( $\alpha=0,05$ ). **Resultados:** O grupo NC-1% apresentou significativamente maior rugosidade de superfície, atingindo valor para  $S_a$  (0,222 $\mu$ m) ligeiramente acima do limite de relevância clínica (0,2 $\mu$ m). As variações de cor apresentadas pelos grupos em relação ao GC1-PMMA foram aceitáveis clinicamente. A fluorescência de raios x detectou a presença do cério nas amostras experimentais. A perda de massa do PMMA não foi alterada de maneira significativa com a adição de álcool e/ou nitrato de cério. As curvas características da calorimetria exploratória diferencial confirmam a presença de nitrato de cério nos grupos experimentais e mostram que a temperatura de transição vítrea do PMMA não apresentou grandes modificações. **Conclusão:** Os grupos NC-0,25% e NC-0,5% incorporaram com sucesso o NC em sua composição, com pouca alteração de

superfície, da cor e das propriedades térmicas do material resultante, sendo uma alternativa promissora como material de base protética.

**Palavras-chave:** polimetil metacrilato, cério, propriedades de superfície, termogravimetria.

**Implicações Clínicas:** A incorporação de nitrato de cério a 0,25% e 0,5% em massa de PMMA não produz efeito deletério nas propriedades físico-químicas e térmicas, sendo uma alternativa para reduzir o biofilme aderido em resinas acrílicas de base de próteses, aumentando a longevidade do material e prevenindo a estomatite protética.

## 1. INTRODUÇÃO

O uso de prótese dentária é indicado para a recuperação da capacidade mastigatória, melhoria do aspecto estético e da fonação dos indivíduos acometidos pela perda dental, impactando na qualidade de vida (1). A resina acrílica, também conhecida como polimetil metacrilato (PMMA), é o material mais utilizado para a fabricação de próteses totais e parciais, visto que é capaz de reproduzir forma, tamanho e é passível de pigmentação, proporcionando resultados estéticos e funcionais satisfatórios. Além de ser um material de fácil manipulação, baixo custo, biocompatível e apresentar propriedades químicas e mecânicas adequadas (2,3).

A principal desvantagem das próteses de PMMA é a facilidade de deposição de biofilme em sua superfície, resultando em colonização por microrganismos, que ocorre antes mesmo de atingir a mucosa palatina associada ao seu uso. Dessa forma, a resina acrílica pode atuar como um reservatório de microrganismos, destacando-se os fungos do gênero *Candida* (4–6), e influenciar no desenvolvimento de patologias orais, como a estomatite protética (EP) (4,5).

Agentes antifúngicos de aplicação tópica são amplamente utilizados no tratamento da EP, sendo eficazes para aliviar os sinais e sintomas clínicos, entretanto, podem afetar as propriedades de superfície do PMMA, favorecendo o aumento da adesão de microrganismos

(7) ou podem não alcançar concentração terapêutica na superfície interna da prótese (8). Se os microrganismos não forem eficientemente removidos da prótese, a sua presença constante pode contribuir para a reinfecção do indivíduo após o tratamento, tendo como consequência uma alta taxa de recorrência clínica, sendo necessária a substituição da prótese. (8–10)

Tem sido um desafio desenvolver um PMMA modificado que proporcione condições desfavoráveis para a colonização de microrganismos (11) sem que altere negativamente as propriedades físico-químicas e térmicas, sendo uma alternativa para a prevenção da EP e a obtenção de sucesso clínico e longevidade das próteses (12).

Entre as substâncias antimicrobianas avaliadas recentemente, o cério (Ce), pertencente ao grupo dos lantanídeos, tem mostrado abordagens promissoras como agente terapêutico em ciências médicas, possuindo aplicações biológicas (13–16) no tratamento de pacientes com queimadura (atividade imunomoduladora) – demonstrando biocompatibilidade – (17–19), na regeneração óssea (substituto ósseo bioativo contendo cério apresentou propriedades antibacterianas e melhorou a resposta celular osteoblástica) (20) e no revestimento de cateter e outros dispositivos médicos (nitrato de cério [NC] impediu eficientemente a formação de biofilme em cateteres de poliuretano e, em concentrações mais elevadas, foi capaz de desorganizar e quase erradicar biofilmes pré-formados) (15,16,21). A atividade microbiológica da incorporação de NC em PMMA já tem sido avaliada pelo nosso grupo de pesquisa e é demonstrada no estudo de Freitas (2018) (22), resultando em comportamento fungicida e com redução de aderência fúngica e de formação de biofilme nos discos de resina acrílica.

As resinas acrílicas utilizadas em base de prótese com atividade antimicrobiana podem ser uma abordagem eficiente para reduzir a prevalência de estomatite protética, porém, recomenda-se avaliar seu efeito sobre as propriedades físico-químicas e térmicas para evitar qualquer efeito deletério. (23,24)

A aderência de microrganismos e formação de biofilme é favorecida na presença de uma maior rugosidade de superfície (25–28). A cor é um parâmetro considerado significativo na aparência estética das próteses e está relacionada com longevidade e aceitação pelo paciente (29,30). As análises térmicas dos materiais podem fornecer informações importantes para a caracterização dos mesmos, sendo possível identificar e quantificar eventos como a perda de massa, identificar os processos endotérmicos e exotérmicos, bem como a temperatura de transição vítrea (29).

Dessa maneira, esta investigação estudou o efeito da incorporação de NC em PMMA termopolimerizável com base na análise da superfície (microscopia eletrônica de varredura e rugosidade superficial), avaliação da cor, fluorescência de raios x, termogravimetria e calorimetria exploratória diferencial, buscando contribuir com o desenvolvimento de novas alternativas de prevenção de infecções na cavidade bucal de usuários de prótese dentária. A hipótese nula foi que a adição de NC não iria interferir de maneira negativa nas propriedades físico-químicas e térmicas da resina acrílica.

## **2. MATERIAL E MÉTODOS**

Os espécimes foram confeccionados utilizando PMMA termicamente ativado por energia de micro-ondas na cor rosa médio (Vipi Wave, Vipi, São Paulo, Brasil). O nitrato de cério hexahidratado ( $\text{Ce}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) (Sigma-Aldrich Brasil Ltda, São Paulo, Brasil) com peso molecular 434,23 g/mol e 99% de pureza foi dissolvido em álcool etílico absoluto 99,5% (Química Moderna, Barueri, São Paulo, Brasil) e incorporado nas porcentagens em massa de 0,25%, 0,5% e 1%. O álcool e as soluções contendo nitrato de cério (1mL) foram adicionados no momento da mistura do polímero (14g) com o monômero (6,5 mL).

## 2.1. Preparo das soluções de nitrato de cério

Para o cálculo da concentração de nitrato de cério incorporado, foi levado em consideração o valor da concentração inibitória mínima (CIM) obtida no estudo de Freitas (2018) (22), as instruções de proporção do fabricante (14g polímero + 6,5mL monômero), a porcentagem em massa a ser incorporada e a densidade do PMMA (1,19g/cm<sup>3</sup>).

Foram preparadas três soluções de nitrato de cério (NC) em álcool nas porcentagens em massa de 0,25%, 0,5% e 1%. A tabela 1 mostra os grupos preparados para os ensaios.

**Tabela 1:** Grupos preparados para os ensaios

| Grupo            | Composição                                                                         |
|------------------|------------------------------------------------------------------------------------|
| Controle 1 (GC1) | PMMA(14g polímero + 6,5mL monômero)                                                |
| NC-0,25%         | PMMA (14g polímero + 6,5mL monômero) + 0,25% de NC em 1 ml de álcool etílico 99,5% |
| NC-0,5%          | PMMA (14g polímero + 6,5mL monômero) + 0,5% de NC em 1 ml de álcool etílico 99,5%  |
| NC-1%            | PMMA (14g polímero + 6,5mL monômero) + 1% de NC em 1 ml de álcool etílico 99,5%    |
| Controle 2 (GC2) | PMMA (14g polímero + 6,5mL monômero) + 1 ml de álcool etílico 99,5%                |

As soluções foram preparadas e mantidas em estufa a  $37 \pm 2$  °C durante 24 horas, visto que foi observado que houve alteração de cor (inicialmente apresentava coloração amarelada e tornou-se translúcida), sem que houvesse alteração na atividade microbiológica da solução (22).

## **2.2. Confeção dos corpos de prova**

O cálculo amostral foi realizado levando em consideração um erro tipo I de 5% para alfa bicaudal, com uma magnitude de efeito “g de Hedge” para hipótese de diferença de 0,8 e um poder estatístico de 80%, obtendo um tamanho amostral de 26 espécimes por grupo. Foram obtidos cinco grupos, sendo dois grupos controle (GC1 = PMMA puro; GC2 = PMMA + álcool etílico) e três grupos experimentais (NC-0,25%; NC-0,5% e NC-1%), conforme especificado na tabela 1.

Um total de 130 discos (10x5 mm) foi confeccionado, sendo manipulados e submetidos ao ciclo de polimerização de acordo com as instruções do fabricante, através da inclusão em mufla de fibra de vidro (STG – Vipi, São Paulo, Brasil) utilizando placa de vidro de 4mm de espessura e silicone laboratorial (Zetalabor, Zhermack, Rovigo, Itália).

Após o ciclo de polimerização, que ocorreu em micro-ondas ondas (Panasonic Perfect 800W, Osaka, Japão) com potência de 800W segundo recomendações do fabricante (20 minutos com 20% de potência e 5 minutos a 60% de potência), a mufla foi retirada do micro-ondas e colocada em bancada para resfriar lentamente até atingir a temperatura ambiente. As amostras foram demufladas e o excesso do material foi removido utilizando broca de tungstênio (Maxicut, Labordental, São Paulo, Brasil) montada em motor elétrico (LB-100, Beltec, Araraquara, Brasil). O polimento dos discos não foi realizado, visto que a superfície voltada para o vidro foi a de interesse na análise das propriedades.

Todos os espécimes passaram por banho ultrassônico (BioWash STD, Bio Art, São Paulo, Brasil) com água destilada durante 15 minutos para remover detritos do acabamento,

armazenados a  $37 \pm 2^\circ\text{C}$  durante 48 horas (para simular o ambiente oral e reduzir o monômero residual (31)) e secos com papel absorvente para a realização dos testes.

### **2.3. Análises Realizadas**

#### **Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)**

Uma amostra de cada grupo foi revestida com ouro através de um pulverizador catódico em alto vácuo (SCD 050, Bal-tec AG, Liechtenstein). Em seguida, o material foi examinado no Microscópio Eletrônico de Varredura (Quanta 450, FEI, Hillsboro, USA) operado a 10 kV. As imagens foram obtidas por elétrons secundários, com magnificação de 200 vezes.

#### **Rugosidade superficial**

Foi utilizado um aparelho de Perfilometria Óptica Sem Contato (CCI MP, Taylor Hobson, Inglaterra) conectado a uma unidade computadorizada contendo o *software* Talysurf CCI (Taylor Hobson, Inglaterra) para obtenção dos dados. Foram avaliadas 26 amostras por grupo e utilizado um *cutoff* de 0,25mm com uma lente 20x, abertura numérica de 0.4 e velocidade de escaneamento de x1 no modo xyz, sendo realizadas três mensurações para cada espécime. A rugosidade final dos padrões Sa, Sz e Sq ( $\mu\text{m}$ ) foi obtida através de uma média dos três pontos de cada corpo de prova.

Os parâmetros de rugosidade Sa, Sz e Sq são representações tridimensionais de Ra, Rz e Rq (parâmetros 2D), respectivamente. A amplitude é considerada a mais importante propriedade da topografia superficial (32), sendo Ra o mais utilizado na maioria dos trabalhos, e representa a média aritmética dos valores absolutos da superfície que se afastam do plano médio dentro da área de amostragem (33). Sq também é um parâmetro de amplitude e é equivalente à média da média quadrática da região medida no diagrama tridimensional quando os vales foram alterados para altos picos por quadratura. O padrão Sz é um parâmetro de altura (picos e vales) e expressa a soma do valor máximo da altura do pico e o valor máximo da profundidade do vale na superfície dentro da área avaliada. (32) Os valores Sa e Sq são

geralmente os parâmetros de amplitude preferíveis de utilização (34), enquanto que o Sz demonstra-se mais sensível a alterações pronunciadas de topografia (32).

### **Parâmetros de cor**

Um espectrofotômetro portátil de uso odontológico (Vita Easy Shade, Vita ZahnFabrick, Alemanha) foi utilizado para observar as diferenças de cor determinadas pelo sistema colorimétrico CIE  $L^* a^* b^*$ . O espectrofotômetro foi calibrado conforme orientações do fabricante. Os espécimes ( $n=26$ ) foram colocados sobre uma superfície branca, a fim de padronizar o local da mensuração de cor, sendo realizadas três tomadas e obtida a média para cada amostra. Foram obtidos os valores de  $L^*$ , que representam o brilho/luminosidade,  $a^*$ , que representam o vermelho-verde e  $b^*$ , que representam o amarelo-azul (35).

O cálculo da variação de cor ( $\Delta E^*$ ) foi realizado com base nas possíveis modificações de cor de GC2, NC-0,25%, NC-0,5% e NC-1% como padrões finais em relação ao padrão inicial (GC1) no espaço de cores 3-D  $L^*$ ,  $a^*$  e  $b^*$  de acordo com a seguinte equação:  $\Delta E^* = [(L^*_1 - L^*_0)^2 + (a^*_1 - a^*_0)^2 + (b^*_1 - b^*_0)^2]^{1/2}$  (36). Valor de  $\Delta E^*$  de 3,7 ou mais é considerado como um valor limite para uma diferença de cor clinicamente inaceitável e visualmente perceptível (36,37).

A mudança de cor também foi quantificada pelo National Bureau of Standards (NBS), que avalia a maneira como o olho humano avalia a mudança de cor (tabela 2). A fórmula utilizada para essa conversão foi: Unidade NBS =  $\Delta E^* \times 0,92$ . Os valores médios de  $\Delta E^*$  de todos os espécimes foram convertidos em unidades NBS para revelar se as alterações de cor dos grupos estudados eram clinicamente detectáveis. (37)

**Tabela 2:** Sistema de expressão de diferenças de cor de acordo com o National Bureau of Standards (NBS) (37)

| Unidades NBS | Comentários críticos das diferenças de cores |
|--------------|----------------------------------------------|
| 0.0-0.5      | Mudança excessivamente sem importância       |
| 0.5-1.5      | Mudança sem importância                      |
| 1.5-3        | Perceptível: mudança perceptível             |
| 3-6          | Apreciável: mudança proeminente              |
| 6-12         | Muito: mudança excessivamente marcada        |
| 12 ou mais   | Bastante: mudança para outra cor             |

#### **Fluorescência de Raios X (FRX)**

A análise quantitativa dos componentes das amostras (n=1) foi realizada no Espectrofotômetro Sequencial de Fluorescência de Raios X por Comprimento de Onda XRF-1800 (Shimadzu, São Paulo, Brasil). As amostras foram colocadas na câmara do equipamento com abertura de 3.0, no vácuo e irradiadas com raios x a 20 °C por minuto, com mapeamento de superfície de 250 µm.

#### **Termogravimetria (TG)**

Foi realizada no equipamento Shimadzu DTG 60H (Shimadzu, Barueri, São Paulo, Brasil). As amostras foram desgastadas e foi utilizado de 3 a 5mg de pó de uma amostra de cada grupo e realizado o aquecimento de 25°C até 700°C, com taxa de aquecimento de 10°C/min, com fluxo de gás de 50mL/min.

### **Calorimetria exploratória diferencial (DSC)**

Foi utilizado um equipamento Shimadzu DSC 60H (Shimadzu, Barueri, São Paulo, Brasil). As amostras foram desgastadas e foi utilizado de 3 a 5mg de pó de uma amostra de cada grupo e realizado o aquecimento de 25°C até 200°C, resfriamento e novamente um ciclo de 25°C até 200°C, com taxa de aquecimento de 10°C/min, com fluxo de gás de 50mL/min.

#### **2.4. Análise estatística**

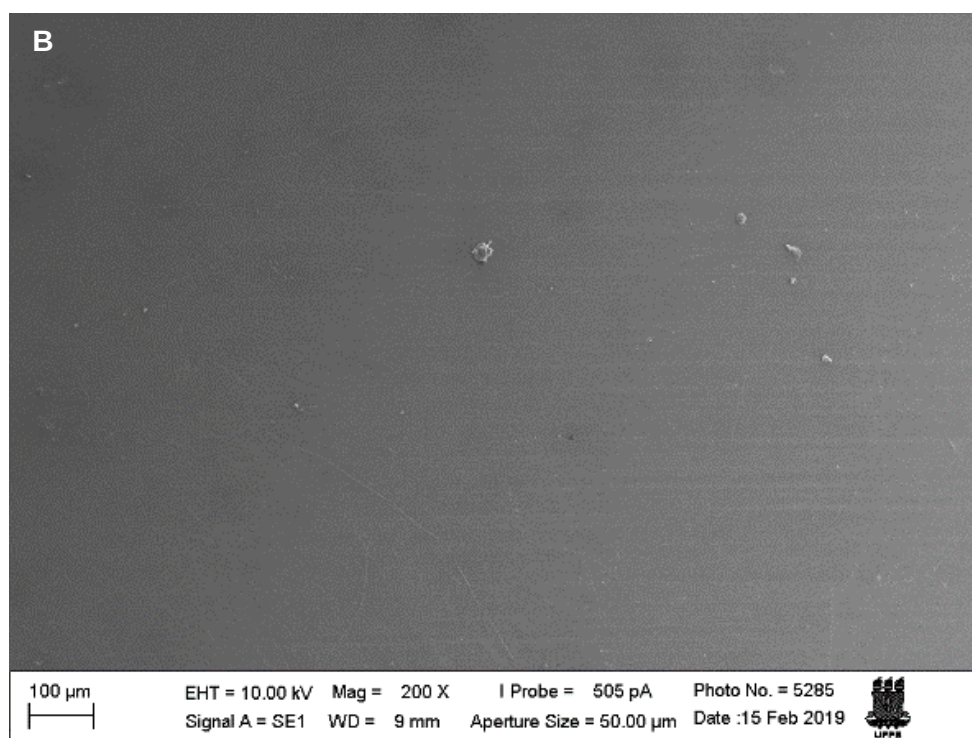
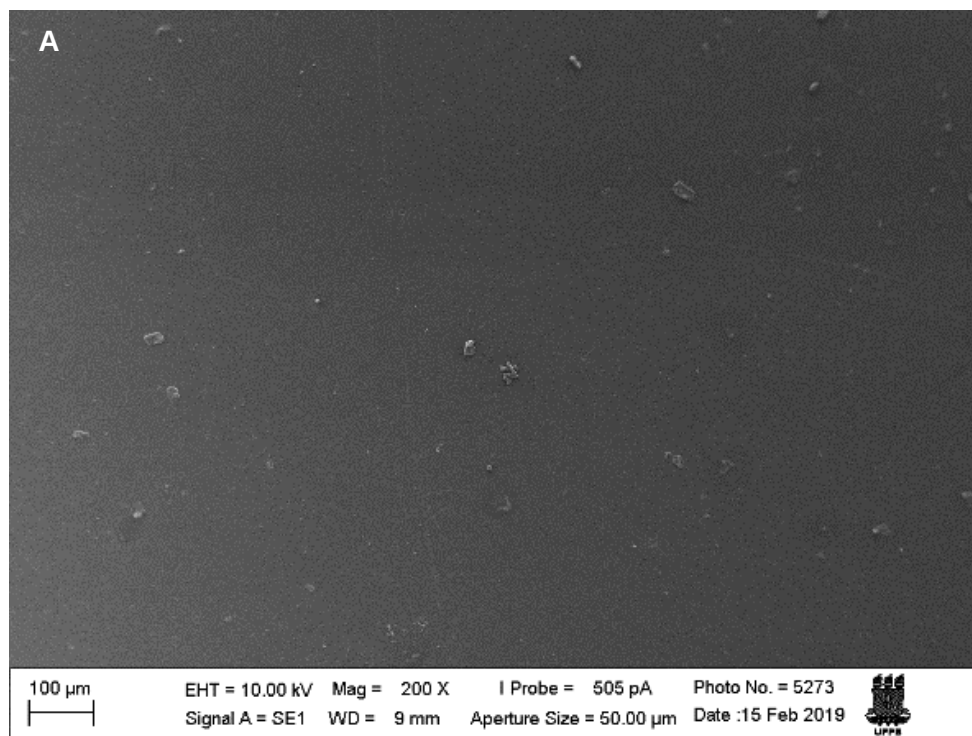
Para os dados relativos à rugosidade superficial e cor, foi encontrada uma distribuição normal (Shapiro-Wilk =  $p > 0,05$ ); a diferença entre as médias dos grupos foi verificada por meio da análise de variância One-Way ANOVA (demonstrados através de tabelas com média e desvio-padrão) com complementação do teste de *Tukey*, sendo considerado um nível de significância de 5%.

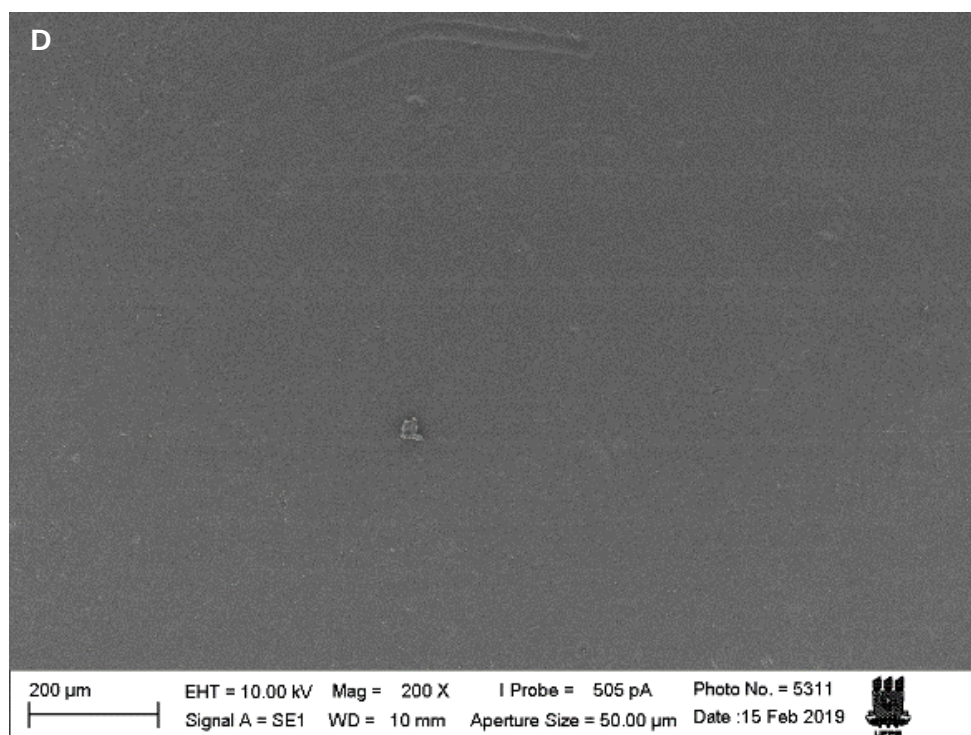
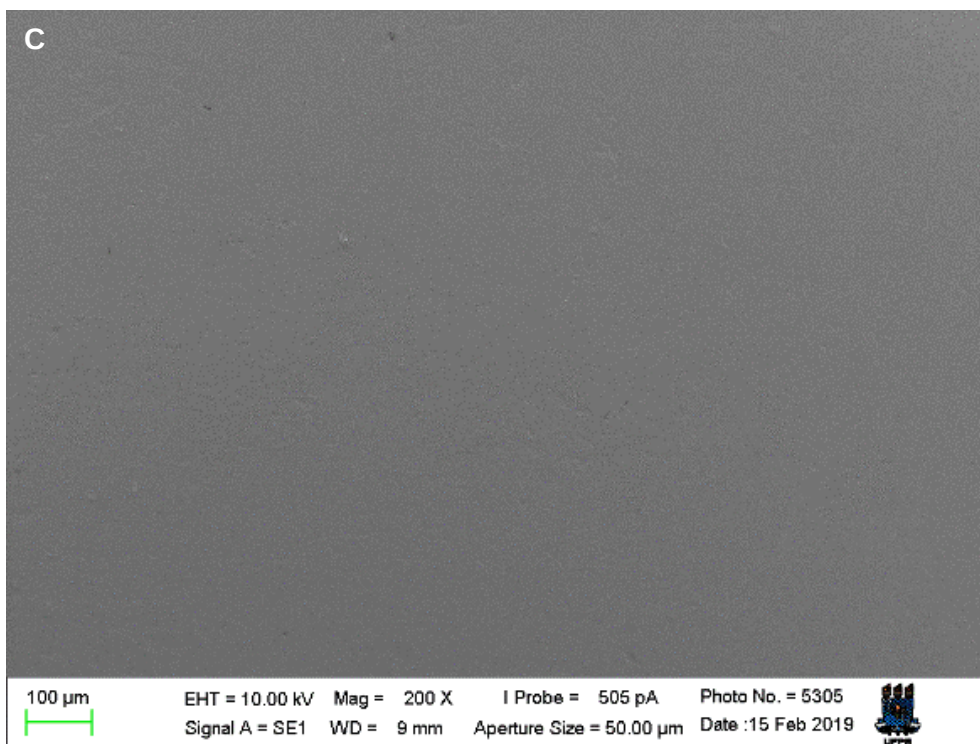
### **3. RESULTADOS**

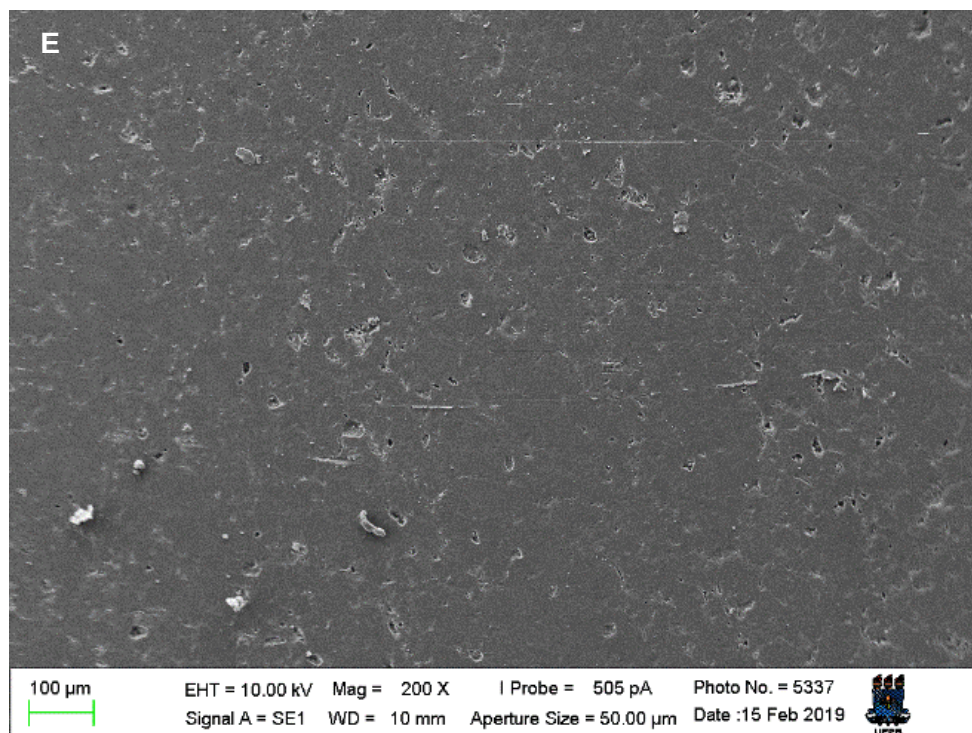
#### **Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)**

Micrografias da MEV permitiram observar, de forma qualitativa, as superfícies das amostras, de modo que as imagens obtidas por elétrons secundários permitem analisar a topografia de superfície. A figura 1 mostra que as amostras dos grupos controle (GC1 e GC2) e NC-0,25% e NC-0,5% apresentaram superfícies lisas, com pequenas irregularidades. Apenas o grupo NC-1% apresentou superfície mais irregular, com poros presentes em toda a superfície.

**Figura 1:** Imagens da MEV obtidas por elétrons secundários em aumento de 200x das amostras dos grupos (A) GC1, (B) GC2, (C) NC-0,25% e (D) NC-0,5% apresentando superfícies lisas, com pequenas irregularidades; e (E) NC-1% com maior irregularidade de superfície.







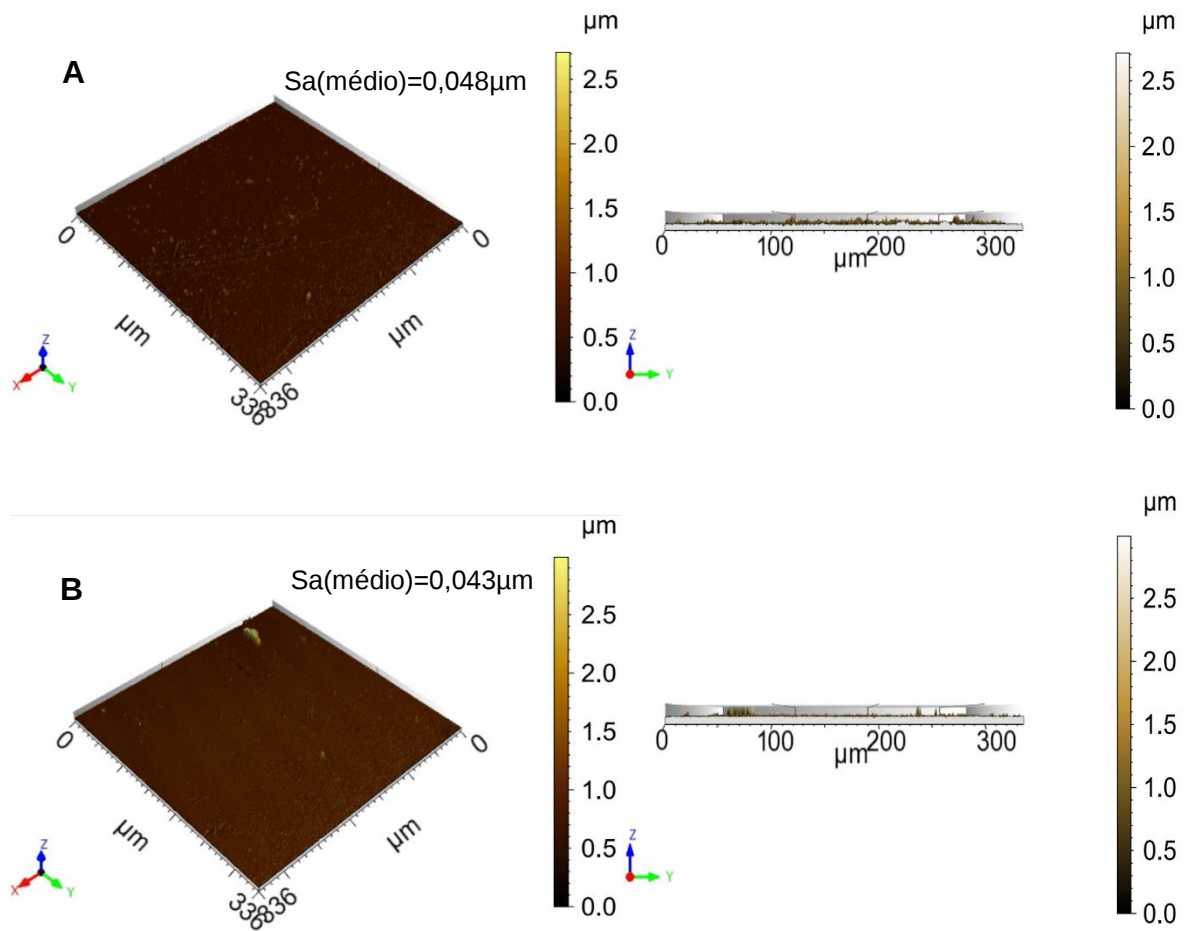
### Rugosidade Superficial

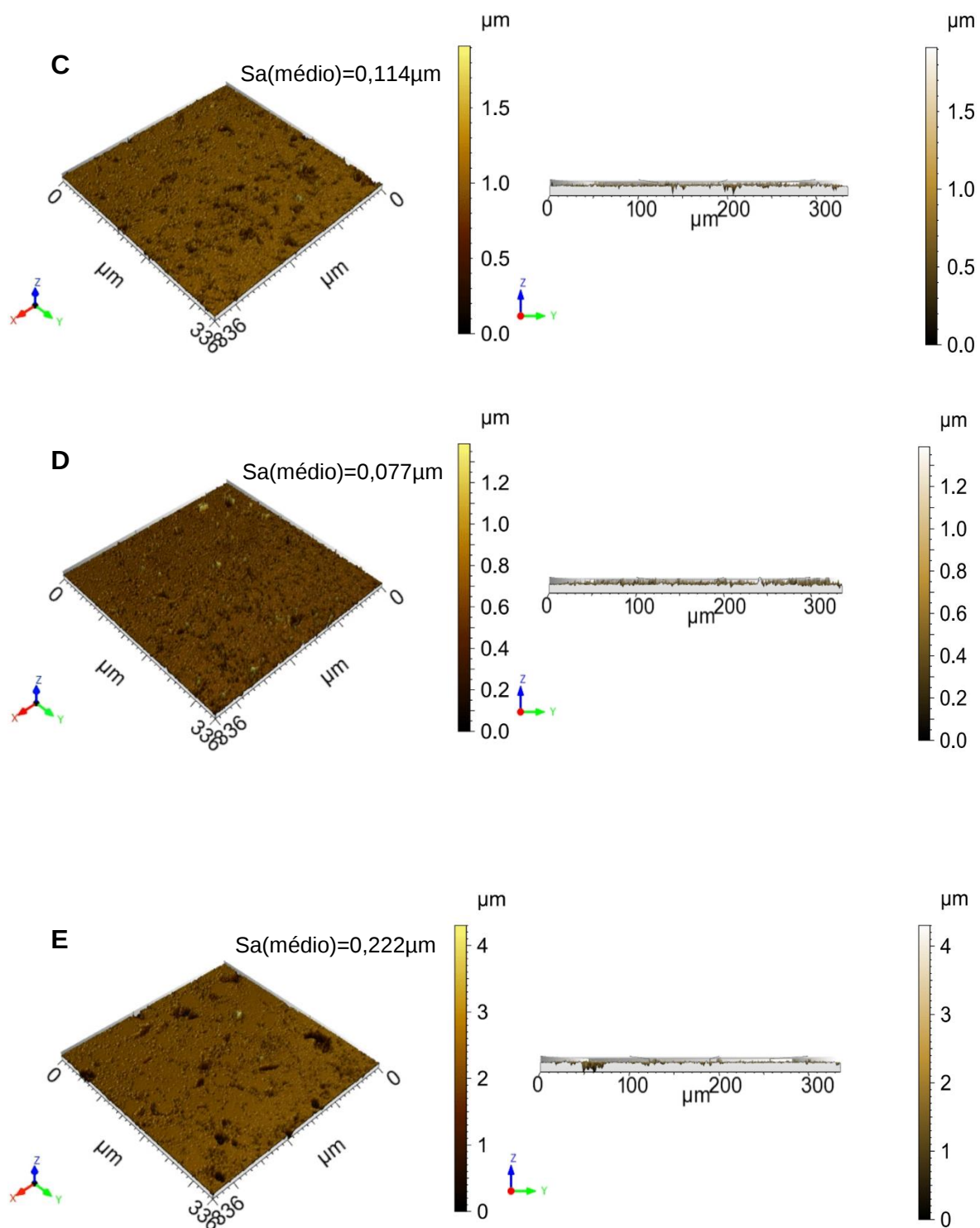
Os valores da média e desvio-padrão dos parâmetros  $S_a$ ,  $S_z$  e  $S_q$  estão descritos na tabela 3. Os resultados de  $S_a$  mostram uma maior rugosidade para o grupo NC-1%, seguido do grupo NC-0,25%, que diferiram dos grupos GC1 e GC2. Não houve diferença estatística entre os grupos GC1 e GC2 e NC-0,5%. Na imagem da topografia superficial obtida através da perfilometria, observam-se as medidas de  $S_a$ , referente à média dos picos e vales da superfície (Figura 2). Para  $S_z$ , a menor rugosidade foi para NC-0,5% e a maior para NC-1%. O comportamento para  $S_q$  foi semelhante ao  $S_a$ .

**Tabela 3:** Valores de média e desvio-padrão (entre parênteses) dos parâmetros de rugosidade  $S_a$ ,  $S_z$  e  $S_q$  para os grupos GC1, NC-0,25%, NC-0,5%, NC-1% e GC2 obtidos em micrômetros ( $\mu\text{m}$ ). Letras maiúsculas sobrescritas idênticas nas colunas não se diferenciam estatisticamente pelo teste de Tukey ( $p < 0,05$ ).

| GRUPO    | Sa (média $\pm$ dp)                | Sz (média $\pm$ dp)               | Sq (média $\pm$ dp)               |
|----------|------------------------------------|-----------------------------------|-----------------------------------|
| GC1      | 0,048 ( $\pm$ 0,011) <sup>A</sup>  | 3,287 ( $\pm$ 0,452) <sup>C</sup> | 0,106 ( $\pm$ 0,33) <sup>A</sup>  |
| NC-0,25% | 0,114 ( $\pm$ 0,065) <sup>B</sup>  | 2,611 ( $\pm$ 1,329) <sup>B</sup> | 0,206 ( $\pm$ 0,105) <sup>B</sup> |
| NC-0,5%  | 0,077 ( $\pm$ 0,034) <sup>AB</sup> | 1,599 ( $\pm$ 0,557) <sup>A</sup> | 0,140 ( $\pm$ 0,053) <sup>A</sup> |
| NC-1%    | 0,222 ( $\pm$ 0,092) <sup>C</sup>  | 4,685 ( $\pm$ 0,633) <sup>D</sup> | 0,388 ( $\pm$ 0,141) <sup>C</sup> |
| GC2      | 0,043 ( $\pm$ 0,015) <sup>A</sup>  | 3,227 ( $\pm$ 0,412) <sup>C</sup> | 0,089 ( $\pm$ 0,023) <sup>A</sup> |

**Figura 2:** Imagens da perfilometria mostrando o aspecto da superfície e o perfil morfológico dos discos em PMMA: (A) GC1; (B) GC2; (C) NC-0,25%; (D) NC-0,5%; (E) NC-1%.





### Análise da cor

Os valores da média e desvio-padrão dos parâmetros L (brilho/luminosidade), a (vermelho/verde) e b (amarelo/azul) estão descritos na tabela 4. O grupo NC-0,5% apresentou o menor valor para L, apesar de não diferir estatisticamente dos GC1 e GC2 e NC-0,25%. NC-1% apresentou o maior valor de L, mesmo não diferindo estatisticamente dos grupos controle.

Para a, os grupos experimentais apresentaram valores menores e diferenças quando comparados com GC1 e GC2, exceto NC-0,5% que não apresentou diferença estatisticamente significativa com o GC2. Avaliando o parâmetro b, o menor valor apresentado foi de GC2, que foi diferente dos demais; o grupo NC-0,25% não diferiu estatisticamente de GC1 e os grupos NC-0,5% e NC-1% também não diferiram entre si. Os resultados para  $\Delta E^*$  (tabela 5) demonstram que todos os grupos apresentaram variações de cor aceitáveis clinicamente ( $\Delta E < 3,7$ ). De acordo com os resultados para a classificação NBS (tabela 6), todos os grupos apresentaram mudanças consideradas “perceptíveis”. A figura 3 mostra os espécimes lado a lado e nota-se que visualmente os grupos não poderiam ser diferenciados.

**Tabela 4:** Valores de média e desvio-padrão (entre parênteses) dos parâmetros de cor  $L^*$ ,  $a^*$  e  $b^*$  para os grupos Gc1, NC-0,25%, NC-0,5%, NC-1% e GC2. Letras maiúsculas sobrescritas idênticas nas colunas não se diferenciam estatisticamente pelo teste de Tukey ( $p < 0,05$ ).

| GRUPO    | $L^*$ (média $\pm$ dp)              | $a^*$ (média $\pm$ dp)              | $b^*$ (média $\pm$ dp)             |
|----------|-------------------------------------|-------------------------------------|------------------------------------|
| GC1      | 57,448 ( $\pm$ 1,493) <sup>AB</sup> | 25,339 ( $\pm$ 1,045) <sup>A</sup>  | 25,998 ( $\pm$ 1,387) <sup>A</sup> |
| NC-0,25% | 56,625 ( $\pm$ 1,868) <sup>A</sup>  | 23,417 ( $\pm$ 0,816) <sup>C</sup>  | 25,556 ( $\pm$ 1,402) <sup>A</sup> |
| NC-0,5%  | 56,374 ( $\pm$ 1,524) <sup>A</sup>  | 23,914 ( $\pm$ 1,062) <sup>BC</sup> | 28,596 ( $\pm$ 1,485) <sup>C</sup> |
| NC-1%    | 58,020 ( $\pm$ 1,161) <sup>B</sup>  | 23,593 (0,680) <sup>C</sup>         | 28,221 (2,015) <sup>C</sup>        |
| GC2      | 57,398 ( $\pm$ 1,543) <sup>AB</sup> | 24,605 ( $\pm$ 1,389) <sup>AB</sup> | 24,192 ( $\pm$ 1,329) <sup>B</sup> |

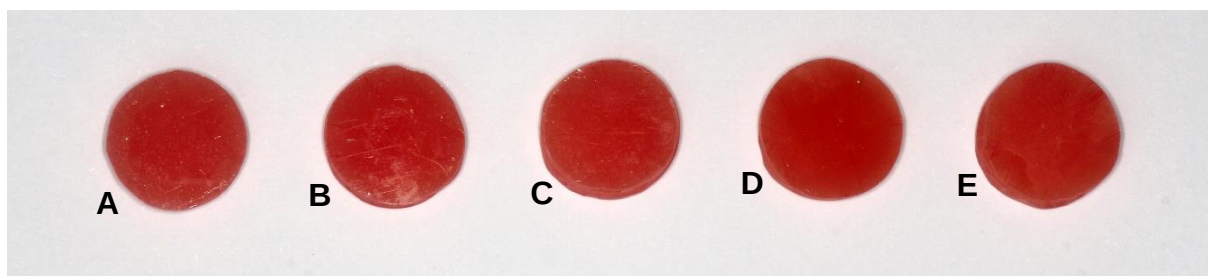
**Tabela 5:** Variação de cor ( $\Delta E^*$ ) para os grupos GC2, NC-0,25%, NC-0,5% e NC-1% utilizando o grupo GC1 como controle.

| <b>Grupo</b>    | <b>Valor (<math>\Delta E^*</math>)</b> |
|-----------------|----------------------------------------|
| <b>NC-0,25%</b> | 2,14                                   |
| <b>NC-0,5%</b>  | 3,15                                   |
| <b>NC-1%</b>    | 2,88                                   |
| <b>GC2</b>      | 1,95                                   |

**Tabela 6:** Variação de cor com base no sistema de classificação NBS para os grupos GC2, NC-0,25%, NC-0,5% e NC-1% utilizando o grupo GC1 como controle.

| <b>Grupo</b>    | <b>Valor (<math>\Delta E^* \times 0,92</math>)</b> | <b>Mudança de cor<br/>ocorrida</b> |
|-----------------|----------------------------------------------------|------------------------------------|
| <b>NC-0,25%</b> | 1,97                                               | Perceptível: mudança perceptível   |
| <b>NC-0,5%</b>  | 2,90                                               | Perceptível: mudança perceptível   |
| <b>NC-1%</b>    | 2,65                                               | Perceptível: mudança perceptível   |
| <b>GC2</b>      | 1,79                                               | Perceptível: mudança perceptível   |

**Figura 3:** Amostras dos grupos: (A) GC1; (B) GC2; (C) NC-0,25%; (D) NC-0,5%; (E) NC-1%.



### Fluorescência de Raios X

Os resultados de análise química são apresentados na tabela 7 para as amostras dos grupos. O carbono (C) é o elemento químico mais presente em todas as amostras. A presença do cério (Ce) nos grupos experimentais mostra a efetiva incorporação deste componente no PMMA.

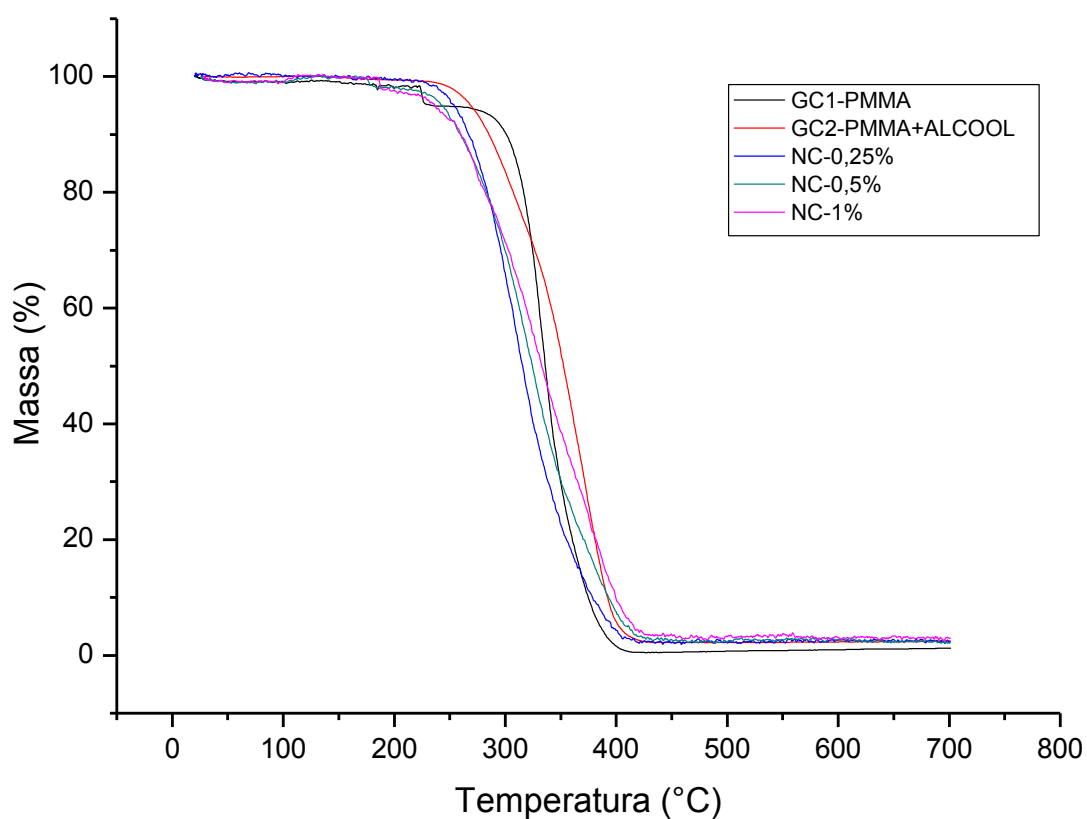
**Tabela 7:** Resultado quantitativo da composição química obtida na Fluorescência de Raios X

| Grupo    | C (%) | Fe (%) | Cr (%) | Ce (%) | Si (%) | Ti (%) | Ni (%) |
|----------|-------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| GC1      | 99,11 | 0,53   | 0,26   | -      | 0,08   | 0,05   | 0,01   |
| NC-0,25% | 99,03 | 0,40   | 0,32   | 0,09   | 0,07   | 0,04   | 0,02   |
| NC-0,5%  | 99,01 | 0,36   | 0,28   | 0,11   | 0,17   | 0,03   | 0,01   |
| NC-1%    | 98,08 | 0,65   | 0,33   | 0,23   | 0,49   | 0,04   | 0,02   |
| GC2      | 99,17 | 0,43   | 0,21   | -      | 0,11   | 0,04   | 0,01   |

### Termogravimetria (TGA)

As curvas de TGA de GC1, GC2, NC-0,25%, NC-0,5% e NC-1% são mostradas na figura 4 e apresentaram comportamento semelhante, mostrando que a presença do álcool e do nitrato de cério não influenciaram na perda de massa do PMMA.

**Figura 4:** Curvas da Análise Termogravimétrica dos grupos GC1, GC2, NC-0,25%, NC-0,5% e NC-1%.

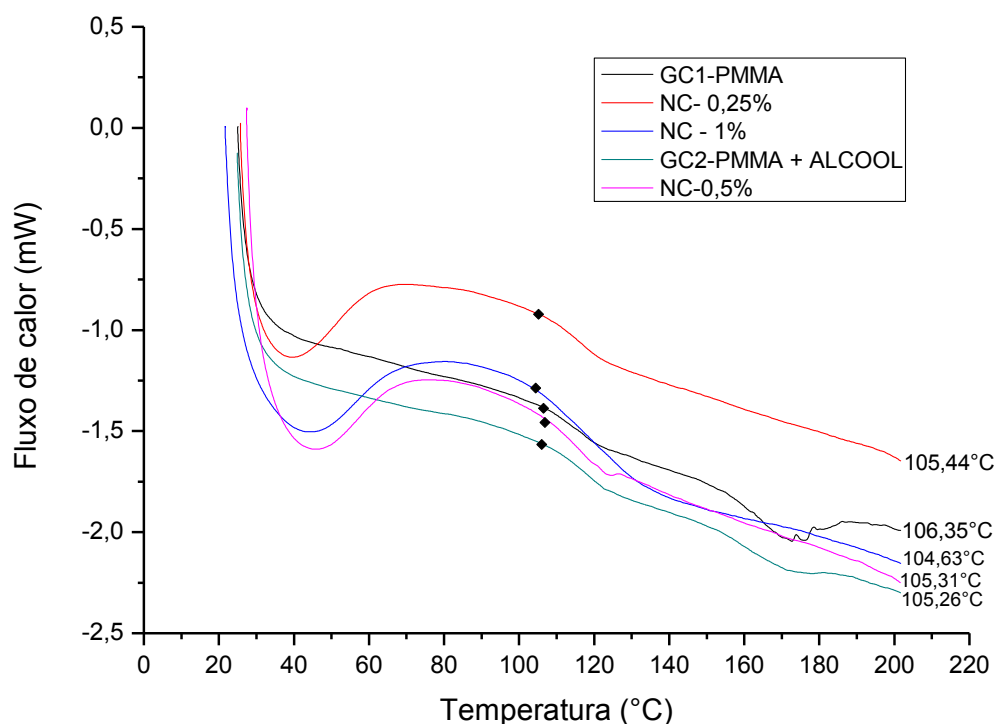


### Calorimetria Exploratória Diferencial

As curvas de DSC são apresentadas na figura 5. As curvas características apresentadas pelos grupos NC-0,25%, NC-0,5% e NC-1% foram semelhantes entre si e confirmam a presença de cério nas amostras do PMMA. A temperatura de transição vítrea ( $T_g$ )

geralmente é tomada como o ponto de inflexão da curva mostrada em DSC (29). Os pontos de Tg estão marcados no gráfico ilustrado na figura 5, bem como apresentam os valores de cada grupo. A incorporação de NC não gerou grandes modificações na temperatura de transição vítrea do PMMA.

**Figura 5:** Termogramas de Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC).



#### 4. DISCUSSÃO

Os resultados obtidos neste estudo permitem rejeitar parcialmente a hipótese nula, visto que o comportamento foi diferente de acordo com a quantidade de nitrato de cério incorporada. A incorporação de nitrato de cério em resina acrílica de base de prótese é um estudo inovador, o que dificulta a discussão dos resultados com outros estudos contendo o mesmo material pela sua ausência na literatura consultada.

A MEV foi utilizada para avaliar de maneira qualitativa a topografia superficial dos discos. A presença de maiores irregularidades na superfície apresentada pelo grupo NC-1% sugere que seu uso pode não ser favorável, podendo influenciar significativamente na aderência de microrganismos e na formação de biofilmes ao longo do tempo, visto que estudos demonstram um maior número de células fúngicas presentes em superfícies mais irregulares (25–27). Ramage *et al.* (2004) (25) visualizaram diretamente através de MEV a presença de biofilmes de *Candida* aderidos e profundamente encaixados ao longo de rachaduras e imperfeições da resina acrílica, enquanto que Mayahara *et al.* (2014) (26) observaram uma adesão de *C. albicans* 2,2 vezes maior em superfícies ásperas do que em superfícies lisas e a infiltração de hifas miceliais nas irregularidades da resina acrílica.

Segundo Quirynem & Bollen (1995) (28), uma superfície rugosa pode provocar até três vezes mais adesão microbiana quando comparada com uma superfície lisa, sendo o limite clinicamente aceitável de rugosidade superficial ( $R_a$ ) de  $0,2\mu\text{m}$ , onde não se espera aderência significativa de biofilme. O grupo que apresentou valor médio ligeiramente acima do limite de relevância clínica foi NC-1% ( $S_{a\text{médio}} = 0,222\mu\text{m}$ ). Os demais apresentaram valores bem abaixo desse limite, inclusive com o grupo NC-0,5% não diferindo significativamente dos grupos GC1 e GC2, demonstrando que a incorporação do NC nessa concentração não alterou significativamente a rugosidade do material obtido.

A incorporação de cargas de vidro fluoretado em diferentes porcentagens de massa no PMMA (1%, 2,5%, 5% e 10%) foi avaliada por Al-Bakri *et al.* (2014) (31) e resultou em maiores valores de  $R_a$ , variando de 0,24 a 0,38. Apesar de apenas o grupo contendo incorporação a 10% ter apresentado diferença estatística do grupo controle ( $R_a = 0,20$ ), os valores apresentados encontram-se acima do limite aceitável clinicamente de rugosidade superficial. Desse modo, a

incorporação de nitrato de cério avaliada no presente estudo apresentou resultados mais favoráveis e promissores para uso clínico quando comparado com esse material.

Valores de referência dos parâmetros Sz e Sq não foram encontrados na literatura, entretanto, o grupo NC-1% manteve apresentando os valores mais altos. É interessante destacar que o grupo NC-0,5% apresentou valores menores até do que os grupos GC1 e GC2 para Sz, parâmetro bastante sensível à alterações pronunciadas na topografia (33) e não foi encontrada diferença estatisticamente significativa para Sq, parâmetro que geralmente é bem relacionado com Sa (32). Dessa forma, as imagens da topografia superficial corroboram com os resultados de rugosidade apresentados através da perfilometria óptica, com NC-1% apresentando maior irregularidade superficial e a incorporação de NC-0,25% e NC-0,5% demonstrando bons efeitos nas propriedades de superfície.

A cor é um parâmetro considerado significativo na aparência estética das próteses e está relacionada com longevidade e aceitação pelo paciente (38,39). As mudanças de cor podem ser avaliadas visualmente ou por técnicas instrumentais, como o uso de espectrofotômetro. A avaliação de cores por comparação visual não se mostrou confiável devido a inconsistências na especificação de percepção de cores entre os observadores. Com o uso do espectrofotômetro, a interpretação subjetiva da comparação de cores visual é reduzida (40).

De acordo com as alterações verificadas pelo espectrofotômetro, o maior valor de  $L^*$  para NC-1% pode significar um material mais claro, e o menor valor de  $L^*$  para o grupo NC-0,5% resulta em uma resina acrílica mais escuro. Os valores menores de  $a^*$  em relação ao GC1 significa a presença de menos croma vermelho na resina resultante. Para  $b^*$ , os valores maiores nos grupos NC-0,5% e NC-1% significa que o croma amarelo se intensificou, podendo ser resultado da incorporação do cério, como foi verificado também por Reyes-Acosta et al. (2015) (29). As razões dessas modificações podem ser avaliadas em estudos futuros.

Apesar das diferenças numéricas apontadas pelo espectrofotômetro, nem sempre essas alterações de cor serão visíveis pelo olho humano e terão relevância clínica, como pode ser verificado na figura 3 e na análise do  $\Delta E^*$ , que será discutida a seguir.

Muitos estudos que avaliam a estabilidade de cor (36,37,39,40) realizam a imersão das amostras em soluções como café, refrigerante e vinho. Como não houve imersão das amostras em nenhuma solução para posterior avaliação, as variações de cor foram realizadas tendo o grupo GC1 como controle para verificar as modificações de cor nos grupos GC2, NC-0,25%, NC-0,5% e NC-1%. De acordo com a classificação NBS, a variação de unidades ente 1.5 e 3 se enquadram em mudanças perceptíveis, sendo a diferença apresentada pelo GC2 e os três grupos experimentais contendo nitrato de cério. Apesar disso, a variação  $\Delta E^*$  avalia o padrão clinicamente aceitável e, apesar do maior valor encontrado ter sido para NC-0,5%, todos os valores são menores do que 3,7 e são considerados aceitáveis clinicamente (36,37).

Os resultados do presente estudo mostram uma vantagem em relação ao estudo de Kamonkhantikul et al. (2017) (41), que analisaram a incorporação de nanopartículas de óxido de zinco com e sem silanização, resultando em drásticas mudanças de cor, com  $\Delta E$  variando de 8,9 a 22,2. Os autores relataram essas alterações nas características ópticas do material como uma desvantagem comum da incorporação de um óxido de metal em PMMA.

A manutenção das soluções contendo NC em estufa durante 24 horas até que se apresentassem incolor podem ter colaborado com os resultados obtidos, visto que se a incorporação da solução contendo o nitrato de cério em resina acrílica tivesse sido imediatamente após a dissolução, a coloração amarelada apresentada pelas soluções poderia ter comprometido de maneira significativa os resultados estéticos.

A fluorescência de raios x é uma técnica rápida e não destrutiva que pode ser utilizada para caracterizar os elementos constituintes em uma amostra (42–44). A radiação de

fluorescência normalmente é difratada por um cristal sob diferentes ângulos para separar os comprimentos de ondas dos raios X (45) e, durante esse processo, a radiação de fluorescência emitida proveniente de cada átomo é característica da espécie química, não havendo similaridade entre as radiações de radiofrequência emitidas por diferentes átomos da Tabela Periódica (43).

O carbono é o elemento químico mais abundante em todas as amostras. A presença de hidrogênio (número atômico 1) e oxigênio (número atômico 8) presentes nas moléculas do iniciador e do monômero inativo para a formação do polímero no processo de polimerização não é detectada. Isso pode ser explicado pelo fato de que este método geralmente é aplicado para determinação de elementos com número atômico  $\geq 11$  (Na) (43).

A diferença de porcentagem entre o cério detectado nas amostras e o incorporado nas soluções dos grupos NC-0,25%, NC-0,5% e NC-1% pode ser explicada pela baixa penetração dos raios X de fluorescência na matéria devido ao elemento fluorescente e da matriz serem da ordem de microns (43). Dessa maneira, as informações obtidas provêm das camadas mais superficiais do material estudado (43). Sugere-se que a presença de ferro (Fe), cromo (Cr), silício (Si), titânio (Ti) e níquel (Ni) seja proveniente dos pigmentos biocompatíveis presentes na composição do pó. Óxido de titânio ( $\text{TiO}_2$ ), por exemplo, é um agente corante muito usado para obter PMMA de cores variando de amarelo-transparente a vermelho (46).

As análises térmicas dos materiais podem fornecer informações importantes para a caracterização dos mesmos, sendo possível identificar e quantificar eventos como a perda de massa e identificar os processos endotérmicos e exotérmicos (47). A TGA é utilizada para medir a variação de massa em função da temperatura em uma atmosfera controlada sob um programa de aquecimento (47).

Os dados referentes à temperatura de decomposição do nitrato de cério não estão disponíveis na ficha de informações de segurança de produtos químicos fornecida pelo fabricante. Porém, analisando a semelhança apresentada pelos grupos nas curvas obtidas pela TGA, sugere-se que o intervalo de decomposição do PMMA e do nitrato de cério sejam semelhantes, considerando a porcentagem da perda de massa com a temperatura. Com isso, nota-se que a incorporação de nitrato de cério não influencia na degradação do PMMA modificado. Além disso, nota-se que o PMMA (puro e incorporado) começou a se degradar em torno de 250°C e foi completamente degradado em torno de 420°C. Wang et al (2014) (48) avaliou o PMMA puro e incorporado com nanotubos de carbono com múltiplas paredes e as curvas de TGA demonstraram o início da degradação a 300°C e a 600°C as amostras se apresentaram completamente degradadas.

O início da perda de massa dos grupos experimentais em torno de 200°C pode ser referido à remoção de água (29), visto que a molécula do NC utilizado na incorporação é hexahidratada e, quanto maior a concentração de NC, maior a perda de massa inicial.

Apesar de Reyes-Acosta et al. (2015) (29) não terem avaliado PMMA de uso odontológico, os autores analisaram o revestimento de PMMA com dióxido de cério em diferentes concentrações. Foi verificado que o PMMA puro apresentou perda de massa apreciável em torno de 240°C, enquanto o nanocompósito PMMA/CeO<sub>2</sub> mostrou perda de peso detectável a 320°C. Esse resultado encontrado pode ser explicado pela estimativa de que a energia de dissociação das ligações H – H seja menor do que a ligação C – C, de modo que o primeiro passo da degradação corresponde ao rompimento das ligações H – H. Da mesma forma, as cadeias de PMMA com grupo terminal insaturado são menos termicamente estáveis do que aquelas com grupos terminais saturados. Portanto, o segundo passo da degradação é iniciado por cisões em extremidades insaturadas e o último passo por cisão aleatória dentro da cadeia principal do polímero. Embora as nanopartículas de CeO<sub>2</sub> sejam aglomeradas dentro do

PMMA, sua presença desempenha um papel importante, aumentando a estabilidade térmica como restrição da mobilidade das cadeias poliméricas, dificultando a difusão de produtos voláteis da decomposição. (29)

A DSC é utilizada para medir a diferença de fluxo de calor entre uma substância e o material de referência em função do aquecimento ou resfriamento, avaliando a entalpia e identificando se o processo ocorrido é endotérmico ou exotérmico (47). Avaliando o fluxo de calor pela temperatura, é possível observar que os vales apresentados pelos grupos experimentais contendo nitrato de cério passam por um processo endotérmico em torno de 50°C. De acordo com informações do fabricante, o ponto/intervalo de fusão ocorre em torno de 57°C. Além disso, a presença de água no nitrato de cério (molécula hexa-hidratada) sugere que há absorção de calor (processo endotérmico) de acordo com que a temperatura aumenta e se aproxima de 100°C (temperatura de ebulição da água). Essas curvas características apresentadas apenas nos grupos experimentais confirmam a presença do nitrato de cério nas amostras de PMMA, visto que os grupos NC-0,25%, NC-0,5% e NC-1% apresentaram um comportamento semelhante entre si e diferente dos grupos controles.

Após o pico endotérmico, é possível observar um pico exotérmico (em torno de 80 a 90°C), ou seja, há liberação de calor, sendo válido investigar posteriormente se a partir desse momento ocorre a degradação do nitrato de cério. De modo geral, o nitrato de cério apresenta uma boa estabilidade térmica para ser utilizado na incorporação de PMMA como material de base de prótese, visto que a temperatura bucal em torno de 37°C não atinge o intervalo próximo à temperatura de decomposição.

A análise dos eventos térmicos também pode indicar a temperatura de transição vítrea (Tg) apresentada pelo material, que geralmente é tomada como o ponto de inflexão na transição vidro-borracha em experimentos DSC (29). De modo geral, todos os grupos apresentaram Tg

semelhantes, contrastando com o estudo de Oliveira Júnior et al (2011) (30) que avaliou a incorporação de um polímero antimicrobiano 2-tert-butilaminoetil metacrilato (PTBAEMA) e resultou em menores valores de Tg, já que o PTBAEMA apresenta menor valor de Tg, podendo estar associado também a um menor grau de conversão da resina acrílica, onde os monômeros residuais podem agir como plastificantes, resultando na redução das propriedades mecânicas do material.

A mudança no valor da Tg pode estar associada à imobilidade do polímero na camada interfacial. Dessa maneira, pode sugerir que a incorporação de NC em PMMA analisada no presente estudo gerou uma camada interfacial fina onde uma pequena quantidade de polímero foi imobilizada, visto que não foram observadas grandes modificações na Tg. Balos et al (2014) (49) avaliaram a incorporação de nanopartículas de sílica em PMMA e obteve maiores temperaturas de transição vítrea, sugerindo uma possível existência de uma camada interfacial mais espessa causada pela imobilidade da cadeia devido à presença das partículas. Reyes-Acosta et al. (2015) (29) obtiveram um ligeiro aumento na Tg de PMMA com a incorporação de baixos teores de CeO<sub>2</sub>, podendo ser atribuída às interações eletrostáticas entre a cadeia lateral da matriz de PMMA e CeO<sub>2</sub>, que impedem a rotação de cadeias poliméricas, aumentando a Tg.

Diante disso, a incorporação de NC em PMMA tem se mostrado como uma alternativa promissora e de baixo custo (por dose utilizada) para a prevenção da estomatite protética. Existem propriedades importantes que ainda devem ser analisadas, como as propriedades mecânicas, sugerindo que pesquisas futuras sejam realizadas, visando analisar a viabilidade do uso clínico do PMMA modificado por cério.

## **5. CONCLUSÃO**

Dentro das limitações deste estudo, é possível concluir que a incorporação de NC em baixas concentrações provocou pouca alteração de superfície, da cor e das propriedades

térmicas do material resultante, sendo uma alternativa promissora e de baixo custo (por dose utilizada) como material de base protética, com destaque para o grupo NC-0,5%. De acordo com as imagens da MEV e os valores de rugosidade superficial, o uso da incorporação de NC-1% não é viável por superar os valores de relevância clínica para Sa, onde as irregularidades na superfície podem favorecer o acúmulo de biofilme ao longo do tempo. A FRX e as curvas características de DSC confirmam a presença do cério no PMMA.

## REFERÊNCIAS

1. Azevedo JS, Azevedo MS, Jardim L, Oliveira C De, Correa MB. Uso e necessidade de prótese dentária em idosos brasileiros segundo a Pesquisa Nacional de Saúde Bucal ( SBBrazil 2010 ): prevalências e fatores associados Needs for dental prostheses and their use in elderly Brazilians according to the National Oral Heal. Cad Saúde Pública. 2017;33(8):1–12.
2. Alla RK, Kn RS, Vyas R, Konakanchi A. Conventional and Contemporary polymers for the fabrication of denture prosthesis : part I – Overview , composition and properties. Int J Appl Dent Sci. 2015;1(4):82–9.
3. Shibata T, Hamada N, Kimoto K, Sawada T, Sawada T, Kumada H, et al. Antifungal Effect of Acrylic Resin Containing Apatite-coated TiO2 Photocatalyst. Dent Mater J. 2007;26(3):437–44.
4. Altarawneh S, Bencharit S, Dds LM, Curran A, Barrow D, Barros S, et al. Clinical and Histological Findings of Denture Stomatitis as Related to Intraoral Colonization Patterns of Candida albicans , Salivary Flow , and Dry Mouth. J Prosthodont. 2013;22:13–22.
5. Johnson CC, Yu A, Lee H, Fidel PL, Noverr M. Development of a Contemporary

- Animal Model of *Candida albicans* - Associated Denture Stomatitis Using a Novel Intraoral Denture System. *Infect Immun*. 2012;1736–43.
6. Javed F, Al-kheraif AA, Kellesarian S V., Vohra F, Romanos GE. Oral *Candida* carriage and species prevalence in denture stomatitis patients with and without diabetes. *J Biol Regul Homeost agents*. 2017;31(2):343–6.
  7. Al-dwairi ZN, Al-quran FA, Al-omari OY. The effect of antifungal agents on surface properties of poly ( methyl methacrylate ) and its relation to adherence of *Candida albicans*. *J Prosthodont Res*. 2012;56:272–80.
  8. Neppelenbroek KH, Pavarina AC, Palomari Spolidorio, D. M. Sgavioli Massucato EM, Spolidorio LC, Vergani CE. Effectiveness of microwave disinfection of complete dentures on the treatment of *Candida* -related denture stomatitis. *J Oral Rehabil*. 2008;35:836–46.
  9. Ribeiro DG, Pavarina AC, Dovigo LN, Machado AL, Giampaolo ET, Vergani CE. Prevalence of *Candida* spp . associated with bacteria species on complete dentures. *Gerodontology*. 2012;10–2.
  10. Gendreau L, Loewy ZG. Epidemiology and Etiology of Denture Stomatitis. *Am Coll Prosthodont*. 2011;20(November 2009):251–60.
  11. Susewind S, Lang R, Hahnel S. Biofilm formation and *Candida albicans* morphology on the surface of denture base materials. *Mycoses*. 2015;58:719–27.
  12. Park SE, Chao M, Raj PA. Mechanical Properties of Surface-Charged Poly ( Methyl Methacrylate ) as Denture Resins. *Int J Dent*. 2009;2009.
  13. Charbgoon F, Ahmad M Bin, Darroudi M. Cerium oxide nanoparticles : green synthesis

- and biological applications. *Int J Nanomedicine*. 2017;12:1401–13.
14. Babenko LP, Zholobak NM, Shcherbakov AB, Lazarenko LM. Antibacterial activity of cerium colloids against opportunistic microorganismos in vitro. 2012;74(3):54–62.
  15. Cobrado L, Azevedo MM, Ramos JP, Rodrigues AG. Cerium, chitosan and hamamelitannin as novel biofilm inhibitors? *J Antimicrob Chemother*. 2012;1–4.
  16. Silva-dias A, Miranda IM, Branco J, Cobrado L, Monteiro-Soares M, Pina-Vaz C, et al. In vitro antifungal activity and in vivo antibiofilm activity of cerium nitrate against *Candida* species. *J Antimicrob Chemother*. 2015;70:1083–93.
  17. Kremer T, Hernekamp F, Riedel K, Peter C, Gebhardt MM, Germann G, et al. Topical application of cerium nitrate prevents burn edema after burn plasma transfer. *Microvasc Res*. 2009;78(3):425–31.
  18. Aujoulat F, Lebreton F, Romano S, Delage M, Marchandin H, Brabet M, et al. Comparative diffusion assay to assess efficacy of topical antimicrobial agents against *Pseudomonas aeruginosa* in burns care. *Ann Clin Microbiol Antimicrob*. 2011;10(27):1–10.
  19. Eski M, Ozer F, Firat C, Alhan D, Arslan N, Sentuk T, et al. Cerium nitrate treatment prevents progressive tissue necrosis in the zone of stasis following burn. *Burns*. 2012;38:283–9.
  20. Morais DS, Fernandes S, Gomes PS, Fernandes MH, Sampaio P, Ferraz MP, et al. Novel cerium doped glass-reinforced hydroxyapatite with antibacterial and osteoconductive properties for bone tissue regeneration. *Biomed Mater*. 2015;10.
  21. Cobrado L, Silva-dias A, Azevedo MM, Pina-Vaz C, Rodrigues AG. In vivo

- antibiofilm effect of cerium , chitosan and hamamelitannin against usual agents of catheter-related bloodstream ... J Antimicrob Chemother. 2013;68:126–30.
22. Freitas RHB. Efeito da incorporação de nitrato de cério na atividade antibiofilme de resinas acrílicas termopolimerizadas [dissertação]. João Pessoa: UFPB, 2018.
  23. Nazirkar G, Bhanushali S, Singh S, Pattanaik B, Raj N. Effect of Anatase Titanium Dioxide Nanoparticles on the Flexural Strength of Heat Cured Poly Methyl Methacrylate Resins : An In-Vitro Study. J Indian Prosthodont Soc. 2014;
  24. Zhang Y, Chen Y, Huang L, Chai Z, Shen L, Xiao Y. The antifungal effects and mechanical properties of silver bromide / cationic polymer nano- methacrylate-based dental resin. Sci Rep. 2017;7(1547):1–13.
  25. Ramage G, Tomsett K, Wickes BL, Lo L, Redding SW, Antonio S. Denture stomatitis : A role for Candida biofilms. Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod. 2004;98:53–9.
  26. Mayahara M, Kataoka R, Arimoto T, Tamaki Y. Effects of surface roughness and dimorphism on the adhesion of Candida albicans to the surface of resins : scanning electron microscope analyses of mode and number of adhesions. J Investig Clin Dent. 2014;5:307–12.
  27. da Silva WJ, Gonçalves LM, Viu FC, Leal MCB, Barbosa CMR, Cury AADB. Surface roughness influences Candida albicans biofilm. Rev Odonto Cienc. 2016;31(2):54–8.
  28. Quirynen M, Bollen CML. The influence of surface roughness and surface-free energy on supra- and subgingival plaque formation in man: A review of the literature. Vol. 22, Journal of Clinical Periodontology. 1995. p. 1–14.

29. Reyes-Acosta MA, Torres-Huerta AM, Domínguez-Crespo MA, Flores-Vela AI, Dorantes-Rosales HJ, Andraca-Adame JA. Thermal, Mechanical and UV-Shielding Properties of Poly(Methyl Methacrylate)/Cerium Dioxide Hybrid Systems Obtained by Melt Compounding. *Polymers (Basel)*. 2015;7(9):1638–59.
30. Oliveira Júnior NM, Paleari AG, Rodriguez LS, Marin DOM, Pero AC, Compagnoni MA. Resistência à flexão de uma resina acrílica após a incorporação de um polímero antimicrobiano. *Rev Odontol UNESP*. 2011;40(3):131–5.
31. Al-bakri IA, Harty D, Al-omari WM, Swain M V, Chrzanowski W, Ellakwa A. Surface characteristics and microbial adherence ability of modified polymethylmethacrylate by fluoridated glass fillers. *Aust Dent J* 2014. 2014;59:482–9.
32. Löberg J, Mattisson I, Hansson S, Ahlberg E. Characterisation of Titanium Dental Implants I: Critical Assessment of Surface Roughness Parameters. *Open Biomater J*. 2010;2:18–35.
33. Queiroz JRC, Fissmer SF, Koga-Ito CY, Salvia ACRD, Massi M, Sobrinho AS da S, et al. Effect of diamond-like carbon thin film coated acrylic resin on candida albicans biofilm formation. *J Prosthodont*. 2013;22(6):451–5.
34. Wennerberg A, Albrektsson T. Suggested guidelines for the topographic evaluation of implant surfaces. *Int J Oral Maxillofac Implants* [Internet]. 2000;15(3):331–44. Available from: <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/10874798>
35. Almohareb T, Alkatheeri MS, Vohra F, Alrahlah A. Influence of experimental staining on color stability of indirect computer-aided design/computer-aided manufacturing dental provisional materials. *Eur J Dent*. 2018;12:269–74.
36. Guler AU, Kurt S, Kulunk T. Effects of various finishing procedures on the staining of

- provisional restorative materials. *J Prosthet Dent*. 2005;93(5):453–8.
37. Cakan U, Kara HB. Effect of liquid polishing materials on the stainability of bis-acryl interim restorative material in vitro. *J Prosthet Dent* [Internet]. 2015;113(5):475–9. Available from: <http://dx.doi.org/10.1016/j.prosdent.2014.09.020>
  38. Powers JM, Roggenkamp CL, Paravina RD, Gregorius WC, Goodacre CJ, Kattadiyil MT. Effects of ageing and staining on color of acrylic resin denture teeth. *J Dent* [Internet]. 2012;40:e47–54. Available from: <http://dx.doi.org/10.1016/j.jdent.2012.09.009>
  39. Hong G, Murata H, Li YA, Sadamori S, Hamada T. Influence of denture cleansers on the color stability of three types of denture base acrylic resin. *J Prosthet Dent* [Internet]. 2009;101(3):205–13. Available from: [http://dx.doi.org/10.1016/S0022-3913\(09\)60032-9](http://dx.doi.org/10.1016/S0022-3913(09)60032-9)
  40. Guler AU, Yilmaz F, Kulunk T, Guler E, Kurt S. Effects of different drinks on stainability of resin composite provisional restorative materials. *J Prosthet Dent*. 2005;94(2):118–24.
  41. Kamonkhantikul K, Arksornnukit M, Takahashi H. Antifungal , optical , and mechanical properties of polymethylmethacrylate material incorporated with silanized zinc oxide nanoparticles. *Int J Nanomedicine*. 2017;12:2353–60.
  42. Christensen AM, Smith MA, Thomas RM. Validation of X-Ray Fluorescence Spectrometry for Determining Osseous or Dental Origin of Unknown Material. *J Forensic Sci*. 2012;57(1):47–51.
  43. Nascimento-Dias BL do, Oliveira DF, Anjos MJ dos. A utilização e a relevância multidisciplinar da fluorescência de raios X. *Rev Bras Ensino Física*. 2017;39(4).

44. Nader MN, Fleming DEB. Assessment of alternative methods for analyzing X-ray fluorescence spectra. *Appl Radiat Isot* [Internet]. 2019;146(January):133–8. Available from: <https://doi.org/10.1016/j.apradiso.2019.01.033>
45. de Queiroz JRC, Marocho SS, Benetti P, Tango RN, Nogueira Junior L. Métodos de caracterização de materiais para pesquisa em odontologia. *Rev da Fac Odontol*. 2012;17(1):106–12.
46. Acosta-Torres LS, López-Marín LM, Núñez-Anita RE, Hernández-Padrón G, Castaño VM. Biocompatible Metal-Oxide Nanoparticles: Nanotechnology Improvement of Conventional Prosthetic Acrylic Resins. *J Nanomater*. 2010;2011:1–8.
47. Oliveira MA de, Yoshida MI, Lima Gomes EC de. Análise térmica aplicada a fármacos e formulações farmacêuticas na indústria farmacêutica. *Quim Nova*. 2011;34(7):1224–30.
48. Wang R, Tao J, Yu B, Dai L. Characterization of multiwalled carbon nanotube-polymethyl methacrylate composite resins as denture base materials. *J Prosthet Dent* [Internet]. 2014;111(4):318–26. Available from: <http://dx.doi.org/10.1016/j.prosdent.2013.07.017>
49. Balos S, Pilic B, Markovic D, Pavlicevic J, Luzanin O. Poly(methyl-methacrylate) nanocomposites with low silica addition. *J Prosthet Dent* [Internet]. 2014;111(4):327–34. Available from: <http://dx.doi.org/10.1016/j.prosdent.2013.06.021>

## **2. CONSIDERAÇÕES GERAIS**

Estudos avaliando a incorporação de substâncias na resina acrílica de base de prótese com o objetivo de reduzir a adesão de microrganismos e a formação de biofilme tem sido bastante realizados, visto que a estomatite protética ainda apresenta alta prevalência. Além da propriedade microbiana, as propriedades de superfície, mecânicas, cor e análises térmicas são essenciais para a possibilidade de uso clínico e sucesso a longo prazo.

Os resultados deste estudo demonstram que os grupos contendo a incorporação de nitrato de cério a 0,25% e 0,5% em massa de PMMA geraram pouca alteração de superfície, da cor e das propriedades térmicas do material resultante, sendo uma alternativa para reduzir o biofilme aderido em resinas acrílicas de base de próteses, aumentando a longevidade do material e prevenindo a estomatite protética.

Serão necessárias novas pesquisas sobre biocompatibilidade, resistência à flexão, avaliação de microdureza, dentre outras características deste material. Além disso, nota-se a necessidade de mais estudos com o intuito de compreender melhor sobre a interação que ocorre entre o PMMA e o nitrato de cério.

### **3. CONCLUSÃO**

Dentro das limitações deste estudo, é possível concluir que a incorporação de NC em baixas concentrações, provocou pouca alteração de superfície, da cor e das propriedades térmicas de perda de massa e temperatura de transição vítrea do material resultante, sendo uma alternativa promissora como material de base protética, com destaque para o grupo NC-0,5. A FRX e as curvas características de DSC confirmam a presença do cério no PMMA. De acordo com as imagens da MEV e os valores de rugosidade superficial, o uso da incorporação de NC-1% não é viável por superar os valores de relevância clínica para Sa, onde as irregularidades na superfície podem favorecer o acúmulo de biofilme ao longo do tempo.

## REFERÊNCIAS\*

1. Azevedo JS, Azevedo MS, Jardim L, Oliveira C De, Correa MB. Uso e necessidade de prótese dentária em idosos brasileiros segundo a Pesquisa Nacional de Saúde Bucal ( SBBrazil 2010 ): prevalências e fatores associados Needs for dental prostheses and their use in elderly Brazilians according to the National Oral Heal. *Cad Saúde Pública*. 2017;33(8):1–12.
2. Alla RK, Kn RS, Vyas R, Konakanchi A. Conventional and Contemporary polymers for the fabrication of denture prosthesis : part I – Overview , composition and properties. *Int J Appl Dent Sci*. 2015;1(4):82–9.
3. Shibata T, Hamada N, Kimoto K, Sawada T, Sawada T, Kumada H, et al. Antifungal Effect of Acrylic Resin Containing Apatite-coated TiO<sub>2</sub> Photocatalyst. *Dent Mater J*. 2007;26(3):437–44.
4. Altarawneh S, Bencharit S, Dds LM, Curran A, Barrow D, Barros S, et al. Clinical and Histological Findings of Denture Stomatitis as Related to Intraoral Colonization Patterns of *Candida albicans* , Salivary Flow , and Dry Mouth. *J Prosthodont*. 2013;22:13–22.
5. Johnson CC, Yu A, Lee H, Fidel PL, Noverr M. Development of a Contemporary Animal Model of *Candida albicans* - Associated Denture Stomatitis Using a Novel Intraoral Denture System. *Infect Immun*. 2012;1736–43.
6. Javed F, Al-kheraif AA, Kellesarian S V., Vohra F, Romanos GE. Oral *Candida* carriage and species prevalence in denture stomatitis patients with and without diabetes. *J Biol Regul Homeost agents*. 2017;31(2):343–6.
7. Gusmão JMR, dos Santos SSF, Neisser MP, Jorge AOC, Faria I. Correlation between factors associated with the removable partial dentures use and *Candida* spp . in saliva. *Gerodontology*. 2011;28:283–8.
8. Ramage G, Tomsett K, Wickes BL, Lo L, Redding SW, Antonio S. Denture stomatitis : A role for *Candida* biofilms. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod*. 2004;98:53–9.
9. O'donnell LEO, Alalwan HKA, Kean R, Calvert G, Nile CJ, Lappin DF, et al. *Candida albicans* biofilm heterogeneity does not influence denture stomatitis , but strongly influences denture ... *Candida albicans* biofilm heterogeneity does not influence denture stomatitis but strongly influences denture cleansing capacity. *J Med Microbiol*. 2017;66:54–60.
10. Salerno C, Pascale M, Contaldo M, Esposito V, Busciolano M. *Candida*-associated denture stomatitis. *Med Oral Patol Oral Cir Bucal*. 2011;16(2):e139-43.
11. Yano J, Yu A, Jr PLF, Noverr MC. Transcription Factors Efg1 and Bcr1 Regulate Biofilm Formation and Virulence during *Candida albicans* -Associated Denture Stomatitis. *PLoS One*. 2016;11(7):1–19.
12. Gendreau L, Loewy ZG. Epidemiology and Etiology of Denture Stomatitis. *Am*

Coll Prosthodont. 2011;20(November 2009):251–60.

13. Ribeiro DG, Pavarina AC, Dovigo LN, Machado AL, Giampaolo ET, Vergani CE. Prevalence of *Candida* spp . associated with bacteria species on complete dentures. *Gerodontology*. 2012;10–2.
14. Beriau YG, Soler AD, Boullón JRF. Comportamiento de la estomatitis subprótesis en pacientes con prótesis dental superior. *Medisur*. 2017;15(1):36–41.
15. Pires FR, Santos EBD, Bonan PRF, De Almeida OP, Lopes MA. Denture stomatitis and salivary *Candida* in Brazilian edentulous patients. *J Oral Rehabil*. 2002;29:1115–9.
16. da Silva WJ, Gonçalves LM, Viu FC, Leal MCB, Barbosa CMR, Cury AADB. Surface roughness influences *Candida albicans* biofilm. *Rev Odonto Cienc*. 2016;31(2):54–8.
17. Govindswamy, Rodrigues S, Shenoy VK, Shenoy S, Shenoy R, Yadav T. The influence of surface roughness on the retention of *Candida albicans* to denture base acrylic resins – an in vitro study. *J Nepal Dent Assoc*. 2014;14(1):1–9.
18. Gharechahi M, Moosavi H, Forghani M. Effect of Surface Roughness and Materials Composition on Biofilm Formation. *J Biomater Nanobiotechnol*. 2012;3:541–6.
19. Mayahara M, Kataoka R, Arimoto T, Tamaki Y. Effects of surface roughness and dimorphism on the adhesion of *Candida albicans* to the surface of resins : scanning electron microscope analyses of mode and number of adhesions. *J Invest Clin Dent*. 2014;5:307–12.
20. Pereira T, Antoninha A, Bel D, Cenci S. In Vitro *Candida* Colonization on Acrylic Resins and Denture Liners : Influence of Surface Free Energy , Roughness , Saliva and adhering bacteria. *Int J Prosthodont*. 2007;308–11.
21. Hilgert JB, Melgarejo J, Souza RF De, Eliana M, Wendland R, Avila OPD, et al. Interventions for the Management of Denture Stomatitis : A systematic review and meta-analysis. *JAGS*. 2016;
22. Emami E, Kabawat M, Rompre PH, Feine JS. ScienceDirect Linking evidence to treatment for denture stomatitis : A meta-analysis of randomized controlled trials. *J Dent*. 2014;42:99–106.
23. Yarborough A, Cooper L, Duqum I, McGraw K, Stoner L. Evidence Regarding the Treatment of Denture Stomatitis. *J Prosthodont*. 2016;25:288–301.
24. Al-dwairi ZN, Al-quran FA, Al-omari OY. The effect of antifungal agents on surface properties of poly ( methyl methacrylate ) and its relation to adherence of *Candida albicans*. *J Prosthodont Res*. 2012;56:272–80.
25. Neppelenbroek KH, Pavarina AC, Palomari Spolidorio, D. M. Sgavioli Massucato EM, Spolidorio LC, Vergani CE. Effectiveness of microwave disinfection of complete dentures on the treatment of *Candida* -related denture stomatitis. *J Oral Rehabil*. 2008;35:836–46.

26. Neppelenbroek KH. Sustained drug-delivery system : a promising therapy for denture stomatitis ? J Appl Oral Sci. 2016;24(5):420–2.
27. Castro DT, Valente MLC, Silva CHL, Watanabe E, Siqueira RL, Schiavon MA, et al. Evaluation of antibiofilm and mechanical properties of new nanocomposites based on acrylic resins and silver vanadate nanoparticles. Arch Oral Biol. 2016;3(2).
28. Zhang Y, Chen Y, Huang L, Chai Z, Shen L, Xiao Y. The antifungal effects and mechanical properties of silver bromide / cationic polymer nano- methacrylate-based dental resin. Sci Rep. 2017;7(1547):1–13.
29. Susewind S, Lang R, Hahnel S. Biofilm formation and *Candida albicans* morphology on the surface of denture base materials. Mycoses. 2015;58:719–27.
30. Al-bakri IA, Harty D, Al-omari WM, Swain M V, Chrzanowski W, Ellakwa A. Surface characteristics and microbial adherence ability of modified polymethylmethacrylate by fluoridated glass fillers. Aust Dent J 2014. 2014;59:482–9.
31. Kamonkhantikul K, Arksornnukit M, Takahashi H. Antifungal , optical , and mechanical properties of polymethylmethacrylate material incorporated with silanized zinc oxide nanoparticles. Int J Nanomedicine. 2017;12:2353–60.
32. Sodagar A, Kassaei MZ, Akhavan A, Javadi N, Arab S, Kharazifard MJ. Effect of silver nano particles on flexural strength of acrylic resins. J Prosthodont Res. 2012;56:120–4.
33. Park SE, Chao M, Raj PA. Mechanical Properties of Surface-Charged Poly ( Methyl Methacrylate ) as Denture Resins. Int J Dent. 2009;2009.
34. Charbgoon F, Ahmad M Bin, Darroudi M. Cerium oxide nanoparticles : green synthesis and biological applications. Int J Nanomedicine. 2017;12:1401–13.
35. Babenko LP, Zholobak NM, Shcherbakov AB, Lazarenko LM. Antibacterial activity of cerium colloids against opportunistic microorganisms in vitro. 2012;74(3):54–62.
36. Cobrado L, Azevedo MM, Ramos JP, Rodrigues AG. Cerium, chitosan and hamamelitannin as novel biofilm inhibitors? J Antimicrob Chemother. 2012;1–4.
37. Silva-dias A, Miranda IM, Branco J, Cobrado L, Monteiro-Soares M, Pina-Vaz C, et al. In vitro antifungal activity and in vivo antibiofilm activity of cerium nitrate against *Candida* species. J Antimicrob Chemother. 2015;70:1083–93.
38. Cobrado L, Silva-dias A, Azevedo MM, Pina-Vaz C, Rodrigues AG. In vivo antibiofilm effect of cerium , chitosan and hamamelitannin against usual agents of catheter-related bloodstream ... J Antimicrob Chemother. 2013;68:126–30.
39. Kremer T, Hernekamp F, Riedel K, Peter C, Gebhardt MM, Germann G, et al. Topical application of cerium nitrate prevents burn edema after burn plasma transfer. Microvasc Res. 2009;78(3):425–31.

40. Aujoulat F, Lebreton F, Romano S, Delage M, Marchandin H, Brabet M, et al. Comparative diffusion assay to assess efficacy of topical antimicrobial agents against *Pseudomonas aeruginosa* in burns care. *Ann Clin Microbiol Antimicrob*. 2011;10(27):1–10.
41. Eski M, Ozer F, Firat C, Alhan D, Arslan N, Sentuk T, et al. Cerium nitrate treatment prevents progressive tissue necrosis in the zone of stasis following burn. *Burns*. 2012;38:283–9.
42. Morais DS, Fernandes S, Gomes PS, Fernandes MH, Sampaio P, Ferraz MP, et al. Novel cerium doped glass-reinforced hydroxyapatite with antibacterial and osteoconductive properties for bone tissue regeneration. *Biomed Mater*. 2015;10.
43. Freire, ICM. Efeito da Incorporação do Nitrato de Cério na Atividade Antifúngica e Propriedades Físico-mecânicas de resinas acrílicas termopolimerizadas [dissertação]. João Pessoa: UFPB, 2017.
44. Freitas RHB. Efeito da incorporação de nitrato de cério na atividade antibiofilme de resinas acrílicas termopolimerizadas [dissertação]. João Pessoa, 2018.
45. Al-bakri IA, Harty D, Al-omari WM, Swain M V, Chrzanowski W, Ellakwa A. Surface characteristics and microbial adherence ability of modified polymethylmethacrylate by fluoridated glass fillers. *Aust Dent J* 2014. 2014;59:482–9.
46. Powers JM, Roggenkamp CL, Paravina RD, Gregorius WC, Goodacre CJ, Kattadiyil MT. Effects of ageing and staining on color of acrylic resin denture teeth. *J Dent [Internet]*. 2012;40:e47–54. Available from: <http://dx.doi.org/10.1016/j.jdent.2012.09.009>
47. Nader MN, Fleming DEB. Assessment of alternative methods for analyzing X-ray fluorescence spectra. *Appl Radiat Isot [Internet]*. 2019;146(January):133–8. Available from: <https://doi.org/10.1016/j.apradiso.2019.01.033>

\* De acordo com as normas do PPGO/UFPB, baseadas na norma do International Committee of Medical Journal Editors - Grupo de Vancouver. Abreviatura dos periódicos em conformidade com o Medline.