UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE RIBEIRÃO PRETO

Gustavo Da Col dos Santos Pinto

**EFEITO DA ESCOVAÇÃO NA RESISTÊNCIA À CORROSÃO DO
TITÂNIO CP**

Ribeirão Preto

- 2014-

GUSTAVO DA COL DOS SANTOS PINTO

**EFEITO DA ESCOVAÇÃO NA RESISTÊNCIA À CORROSÃO DO
TITÂNIO CP**

Dissertação apresentada à Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo, para a obtenção do título de Mestre no Programa de Reabilitação Oral.

Área de concentração: Reabilitação Oral

Orientadora: Prof. Dr. Osvaldo Luiz Bezzon

VERSÃO ORIGINAL

Ribeirão Preto

- 2014-

AUTORIZO A REPRODUÇÃO E DIVULGAÇÃO DO TEOR TOTAL OU PARCIAL DESTE TRABALHO POR QUALQUER MEIO CONVENCIONAL OU ELETRÔNICO, PARA FINS DE ESTUDO E PESQUISA, DESDE QUE CITADA A FONTE.

FICHA CATALOGRÁFICA

Elaborada pela Biblioteca Central do Campus USP - Ribeirão Preto

Pinto, Gustavo Da Col dos Santos

Efeito da escovação na Resistência à corrosão do Titânio cp. Ribeirão Preto, 2014.
87 p. : il.; 30 cm

Dissertação de Mestrado, apresentada à Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto/USP.
Área de Concentração: Reabilitação Oral.

Orientadora: Bezzon, Osvaldo Luiz

1. Corrosão. 2. Resistência à corrosão. 3. Escovação. 4. Abrasão. 5. Tribocorrosão

FOLHA DE APROVAÇÃO

Pinto, Gustavo Da Col dos Santos. **Efeito da escovação na resistência à corrosão do Titânio cp. Ribeirão Preto, 2014.**

Dissertação apresentada à Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto, da Universidade de São Paulo, para obtenção do título de Mestre.

Área de Concentração: Reabilitação Oral

Aprovado em: ____/____/____

Banca Examinadora

Prof.(a).Dr.(a).: _____ Instituição: _____

Julgamento: _____ Assinatura: _____

Prof.(a).Dr.(a).: _____ Instituição: _____

Julgamento: _____ Assinatura: _____

Prof.(a).Dr.(a).: _____ Instituição: _____

Julgamento: _____ Assinatura: _____

Dedicatória

À minha mãe Rosi e meu pai Francisco, os maiores amores de minha vida. Pessoas incríveis por quem tenho profunda admiração e orgulho imensurável. O carinho, amor, vibração, atenção e apoio deles é o combustível da minha vida e dos meus sonhos. Dedico esse e todos os projetos da minha vida a vocês.

Aos meus avós Laura e Walter, Ruy e Mercês, que mais do que meus amados avós, são/ foram pessoas de caráter inigualável e fonte de inspiração na minha vida.

À Paula, mulher admirável que tanto amo. Uma grande amiga que se tornou namorada, companheira para todas as horas, enfrentando momentos difíceis e maravilhosos ao meu lado, sempre, com muito amor e carinho.

Agradecimentos Especiais

Ao Professor Osvaldo Luiz Bezzon, meu orientador, que com sua enorme competência não negou esforços para que o trabalho fosse realizado com excelência, mesmo vivendo um período profissional atrelado a muitos compromissos administrativos tanto como diretor da Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto, quanto como prefeito do Campus da USP -RP. Sou muito grato por ter tido a oportunidade trabalharmos juntos.

A professora Fernanda, que me acolheu desde minha graduação, como minha orientadora do projeto de iniciação científica, alguns anos depois, me orientando no Aperfeiçoamento de Materiais Dentários e posteriormente sendo muito importante no processo de formação no curso de Mestrado. Sempre amiga, honesta, ensina com o carinho de uma mãe que sofre e vibra com os insucessos e conquistas de seus filhos. Pessoa por quem sou muito grato e guardo um carinho e admiração muito grande.

Ao Professo Rodrigo Galo, que com sua competência, esforço e amizade, tornou possível o desenvolvimento de um projeto cheio de desafios. Sou muito grato por toda ajuda e atenção dada.

Aos Professores Cortino e Mathew, pelos ensinamentos com meus orientadores durante o estágio na Universidade de Chicago Illinois e no Centro Médico Rush.

Agradecimientos

À Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo, na pessoa do diretor, Prof. Dr. Valdemar Mallet da Rocha Barros, pelas oportunidades oferecidas, responsáveis pela minha formação profissional desde a graduação até o mestrado.

À Coordenação do Programa de Pós-Graduação em Reabilitação Oral da Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo, na pessoa da coordenadora, Prof^a. Dr^a. Fernanda de Carvalho Panzeri Pires de Souza, pela oportunidade de iniciar minha carreira acadêmica em um curso de referência e muito requisitado, que proporciona aos alunos ótima formação e inúmeras alternativas para o crescimento profissional e pessoal.

À CAPES (Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior), pela bolsa de mestrado concedida.

Aos professores do Departamento de Materiais Dentários e Prótese, que durante o Mestrado me mostraram a importância do pensar, da troca de conhecimento, aumentando minha competência em aprender e ensinar, contribuindo para minha formação profissional.

A toda equipe de funcionários do Departamento de Materiais Dentários e Prótese, pelo auxílio nos ensaios da pesquisa, trâmites burocráticos e convivência harmoniosa durante todo esse período.

A Rafaela técnica do LaABio (Laboratório de Análise de Biomateriais), pelo exemplo de profissionalismo e disposição, não medindo esforços para que os projetos se realizem com excelência.

*Aos meus companheiros do **LaABio** (Laboratório de Análise de Biomateriais), professora **Fernanda**, técnica **Rafaela**, **Lourenço**, **Michelle**, **Diogo**, **Marta**, **Brahim**, **Carlita**, **Bia**, **Dani**, **Camila**, **Gabi**, **Renatinha**, **Renata** e pela troca de experiências e discussões saudáveis, proporcionando um ambiente agradável para o trabalho.*

Aos meus colegas de pós-graduação, pelo aprendizado em conjunto e troca de conhecimento.

Resumo

RESUMO

O uso de ligas metálicas na odontologia continua tendo aplicação em grande número de situações clínicas de próteses convencionais ou sobre implantes. O objetivo deste estudo foi avaliar a corrosão superficial do Ti cp, submetido a processo de escovação. Foram confeccionados espécimes, com 15,0 mm de diâmetro e 2,5 mm de espessura, obtidos pelo método de fundição por cera perdida. Em seguida, divididos em 4 grupos (n=6). Ensaio eletroquímico e escovação mecânica (abrasão) foram realizados. Para a análise de Potencial em Circuito Aberto (OCP), o período de mensuração foi de 1 hora, com leitura do potencial da amostra a cada 0,6 segundos. No Grupo G1 foi realizada a análise de Potencial em Circuito Aberto (OCP), em seguida, aplicado um Potencial Anódico a -250 mV por 1 hora e logo após, realizada a Espectroscopia de Impedância Eletroquímica (EIS) à -250mV. Para o Grupo G2 foi realizada a análise de OCP, em seguida, aplicado um Potencial Catódico a +1000 mV por 1 hora e logo após, realizada a EIS à +1000 mV. Os Grupos G1 e G2 não foram submetidos ao teste de escovação mecânica. O Grupo G3 foi submetido, primeiramente, ao ensaio de escovação mecânica, sendo a máquina acionada até atingir 14.600 ciclos, que representa 1 ano de escovação por um indivíduo saudável⁵² e corresponde a 41 minutos de funcionamento do equipamento. Posteriormente, foi realizada a mesma sequência do ensaio corrosivo do Grupo G1, ou seja: OCP + Aplicação de Potencial anódico à -250mV + EIS à -250 mV. Para o Grupo G4 primeiro foi realizado o ensaio de escovação mecânica, (14.600 ciclos). Em seguida, foi realizado a mesma sequência do ensaio corrosivo do Grupo G2, ou seja: OCP + Aplicação de Potencial Catódico à +1000 mV + EIS a +1000 mV. Os resultados obtidos mostram não haver alteração estatisticamente significativa na rugosidade superficial dos corpos-de-prova entre os grupos testados. No entanto, as imagens obtidas através dos testes de Interferometria Digital 3D e Microscopia eletrônica de varredura, sugerem a formação de superfícies com menos irregularidades, para os grupos 3 e 4, os quais foram submetidos a escovação mecânica antes dos ensaios eletroquímicos. Os valores da resistência do óxido ($R_{\text{óxido}}$) observada após a EIS à -250 mV (grupos 1 e 3) e à + 1000 mV (grupos 2 e 4) foram estatisticamente diferentes entre si ($p \leq 0,05$), sendo que os grupos 1 e 2, submetidos somente ao teste eletroquímico, demonstraram menor resistência do óxido, quando comparados com os grupos 3 e 4, escovados mecanicamente antes do teste eletroquímico. Concluiu-se que a escovação interfere positivamente na resistência a corrosão do Ti cp.

Palavras-Chave: Corrosão, Resistência à corrosão, Abrasão, Escovação e Tribocorrosão.

Abstract

ABSTRACT

The use of metal alloys in dentistry continues to have application in many clinical situations of conventional prosthesis and implants. The aim of this study was to evaluate the effect of brushing and corrosion on the cp Ti surface. Specimens were prepared with 15.0 mm diameter and 2.5 mm thickness, obtained by the method of lost wax casting. Then divided into 4 groups (n=6). Electrochemical tests and mechanical brushing (abrasion) were performed. For the analysis of Open Circuit Potential (OCP), the measurement period was 1 hour, with the potential of sample reading every 0.6 seconds. For Group G1 Pontecial Open Circuit (OCP) analysis was performed, then applying a Anode potential at -250 mV for 1 hour and soon after, performed the Electrochemical Impedance Spectroscopy (EIS) at -250mV. For the Group G2 OCP analysis was performed, then applying a Cathodic Potential at +1000 mV for 1 hour and soon after, performed the EIS at +1000 mV. The Groups G1 and G2 were not subjected to mechanical brushing test. The Group G3 was submitted, first, the mechanical brushing, and the machine was thrown up to 14,600 cycles, which represents 1 year of brushing for a healthy individual [52] and corresponds to 41 minutes of operation of the equipment. Subsequently, the same sequence of G1 Group corrosive test was performed (OCP + Potential Application of anodic at - 250mV + EIS at -250 mV). For the group G4, first mechanical brushing (14,600 cycles) was performed. Then was performed the same sequence of Group G2 corrosive test, (OCP + Application of Cathodic Potential at +1000 mV + EIS at +1000 mV). The results showed no statistical significance change of surface roughness between the tested groups. However, the images obtained through the 3D Digital interferometry and scanning electron microscopy tests, suggest the formation of surfaces with less irregularities, for groups 3 and 4, which were subjected to mechanical brushing before the electrochemical tests. The oxide resistance values (Róximo) observed after the EIS at -250 mV (groups 1 and 3) and at +1000 mV (groups 2 and 4) were statistically different ($p \leq 0.05$), and the groups 1 and 2, subjected only to the electrochemical test showed less oxide resistance when compared with groups 3 and 4, mechanically brushed before the electrochemical testing. It was concluded that brushing positively interferes at the corrosion resistance of cp Ti.

Keywords: Corrosion, Corrosion resistance, Wear, Brushing and Tribocorrosion.

Sumário

SUMÁRIO

RESUMO

ABSTRACT

1. INTRODUÇÃO.....	17
2. REVISTA DE LITERATURA.....	21
3. PROPOSIÇÃO.....	31
4. MATERIAL E MÉTODO.....	35
4.1. OBTENÇÃO DOS CORPOS-DE-PROVA.....	37
4.2 ENSAIO DE ESCOVAÇÃO MECÂNICA.....	42
4.3 ENSAIO DE CORROSÃO ELETROQUÍMICA.....	44
4.4. CARACTERIZAÇÃO DA SUPERFÍCIE.....	48
4.4.1. INTERFERÔMERO DIGITAL 3D.....	48
4.4.2 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA.....	48
4.5. ANÁLISE ESTATÍSTICA.....	48
5. RESULTADOS.....	49
5.1. POTENCIAL EM CIRCUITO ABERTO (OCP)	51
5.2. ESPECTROSCOPIA DE IMPEDÂNCIA ELETROQUÍMICA (EIS).....	53
5.3. CARACTERIZAÇÃO DA SUPERFÍCIE.....	55
5.3.1. INTERFERÔMERO DIGITAL 3D.....	55
5.3.2 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA.....	67
6. DISCUSSÃO.....	71
7. CONCLUSÃO.....	77
REFERÊNCIAS.....	81

Introdução

1. INTRODUÇÃO

Embora a odontologia atual apresente grande variedade de materiais desenvolvidos a partir de testes *in vitro* e *in vivo*, com finalidade de viabilizar a confecção de restaurações funcionais e estéticas livres de metal, o uso de ligas metálicas continua tendo aplicação em grande número de situações clínicas de próteses convencionais ou sobre implantes.

Para todos os materiais disponíveis, a grande preocupação dos profissionais é quanto à ocorrência de falhas, que podem comprometer o resultado das restaurações realizadas. Com relação aos materiais metálicos, a qualidade necessária, de modo geral, é dependente de aspectos biológicos (interação com as estruturas bucais), estruturais, físicas e, ainda, tecnológicas. [1,2].

Dentre as deficiências que levam a falhas, as mais comuns são a biocorrosão, fadiga, fraturas, desgaste e alergias aos metais. Esses fatores estão relacionados aos aspectos mecânicos-biomecânicos, químico-bioquímicos, ou a associação de ambos [3].

A resistência à corrosão é considerada o fator principal a ser analisado em uma liga, pois dela deriva a sua resistência à fratura e a manutenção estética da reabilitação oral [1,2]. Quando o fenômeno de corrosão e desgaste ocorrerem simultaneamente, um sistema de tribocorrosão é criado.

O termo corrosão quando utilizado para metais envolve mecanismos de ação químico [4] ou eletroquímico [1,2]. Todos os materiais metálicos odontológicos estão sujeitos à corrosão, principalmente quando presentes no ambiente tão instável como o da cavidade bucal. Fatores como flutuação de temperatura, presença de umidade, grande mudança de pH devido à dieta, alterações do material na presença de oxigênio e decomposição, contribuem muito para que a corrosão se instale e ocorra a degradação dos materiais. [2]

Diversas situações podem acidificar o pH da saliva, tais como infecções, certos alimentos (alimentos açucarados, alimentos em conserva, doces ácidos, frutas, refrigerantes e sucos com pH em torno de 2,5-3,5), antisséptico bucal [5-7], tabagismo, doenças crônicas / sistêmicas e medicamentos, o que pode também contribuir para a corrosão do material [8-11].

Outros fatores relacionados diretamente com o processo de corrosão são a composição química das ligas e a microestrutura apresentada na superfície do material [12].

O aumento da procura por reabilitações orais de grande exigência estética e funcional tem motivado, cada dia mais, a realização de planejamentos que contam com utilização de implantes dentais à base de Ti.

No ambiente oral, implantes dentários estão expostos a vários fatores adversos, tais como mudança de temperatura e nível de oxigênio (devido à alimentação e mudanças na saliva), forças mastigatórias e componentes químicos que contribuem para o processo de degradação dos implantes. [13]

A corrosão das ligas metálicas odontológicas pode resultar em efeitos biológicos, funcionais e estéticos. Os íons metálicos liberados durante o processo de corrosão podem entrar em contato com as células e tecidos adjacentes e apresentar incompatibilidade com o organismo o que gera toxicidade e grande risco de sensibilidade, desde que ingeridos em grandes quantidades [14-17]. Aspereza superficial, grau de oxidação, presença de inibidores e potencial (qual potencial) da liga, são características que influenciam a liberação de íons [9,18,19].

Ao considerar a estética, a reação de corrosão pode produzir compostos químicos que resultam no manchamento dos tecidos que margeiam a prótese e, da superfície do metal [2,20].

O titânio comercialmente puro (Ti cp) e as ligas de titânio apresentam baixo grau de toxicidade, quando comparadas com outros biomateriais comumente utilizados na prática odontológica, como em estruturas produzidas com Be, que apresentam alta toxicidade [4,21,22].

O Ti exposto ao meio ambiente, apresenta a formação de uma densa e estável camada de óxido (TiO_2) sobre a sua superfície, desempenhando papel importante quanto á resistência a corrosão do material. [23]. No entanto, quando submetido a um ambiente ácido, fluoretos e saliva, a camada de proteção criada pelo filme de óxido depositado na superfície do material pode ser removida e um processo de corrosão é inicializado [8,10].

O processo de corrosão pode ser influenciado também, pela remoção de íons devido à abrasão dos alimentos, líquidos e com a escovação [2].

Revista da Literatura

2. REVISTA DE LITERATURA

Em 1963 Fusayama et al. [24] avaliaram a corrosão das ligas de ouro e restaurações de amálgamas, em contato umas com as outras. Os ensaios foram realizados em saliva artificial e contato somente com ar. Observaram que o contato das ligas de ouro com as restaurações antigas de amálgama, no ar ou saliva artificial, não causaram significativa corrosão, no entanto, para os dentes recém-restaurados, o contato da liga de ouro com o amálgama, produziu manchamento prateados nas áreas de contato.

Em 1979 Duc et al.[25] desenvolveram uma célula de corrosão fechada e uma programa de polarização, durante o estudo sobre a detecção de espécies solúveis produzidos durante a polarização anódica do amálgama dental através da rotação de um eletrodo em forma de disco.

Em 1979 Sarkar et al.[26] investigaram a resistência à corrosão de cinco ligas a base de prata-paládio, em solução de NaCl a 1% através do uso da técnica de histerese eletroquímica. As ligas com maior quantidade de prata em sua composição apresentaram corrosão mais acentuada. A substituição da prata por ouro melhorou a resistência à corrosão, enquanto, a adição de cobre afetou negativamente a resistência da liga.

Em 1979 Gettleman et al. [27] estudaram a corrosão e o manchamento em restaurações dentais e implantes. A técnica de polarização linear foi utilizada para medição da resistência a polarização e corrosão, diretamente na boca dos babuíños, e in vitro para uma grande variedade de ligas odontológicas. Uma boa correlação foi verificada entre os testes in vivo e in vitro, indicando que este teste é preciso e válido, além de ser simples de executar. A corrosão intraoral aconteceu mais rápido, provavelmente devido à abrasão por alimentos. O manchamento também foi medido utilizando uma análise colorimétrica intraoral e os resultados foram comparados com valores de corrosão. O manchamento dos metais puros (Au, Ag, e Cu) foi inversamente proporcional à corrosão. Ligas de ouro mancharam pouco. Amálgamas demonstraram menor resistência a corrosão.

Em 1980 Gettleman et al. [28] comparam os valores de corrosão obtidos em teste in vivo, em babuíños e teste in vitro. A técnica de polarização linear foi usada para determinar as resistências a polarização e corrosão de vários materiais restauradores, ligas usadas em implantes e amálgamas dentárias colocados nos dentes dos animais. A mesma técnica foi utilizada para os testes in vitro, em saliva artificial. Ligas contendo ouro e cromo corroeram a menos, enquanto as restaurações de amálgama apresentaram corrosão mais elevada. Houve

grande similaridade entre os testes *in vivo* e *in vitro*. Esta foi primeira vez que a corrosão foi medida na boca de babuíños, várias vezes durante longo período de tempo.

Em 1988 Bapna et al [29] avaliaram a corrosão de brocas utilizadas na odontologias, em contato com soluções desinfetantes e de esterilização. Polarização Potenciodinâmica, MEV, e técnicas de microanálise de energia dispersiva foram usadas para determinar a agressividade eletroquímica das soluções utilizadas para desinfecção e esterilização de brocas carbide e aço inoxidável. A influência da formação de célula galvânica em brocas carbide causada pela adição de diferentes metais a liga foi examinada. Concluíram que métodos de polarização anódica são um meio eficaz de avaliar a corrosão dos instrumentos odontológicos, principalmente brocas dentárias, em soluções utilizadas para desinfecção e esterilização.

Em 1992 Palaghias et al. [30] estudaram o comportamento da corrosão *in vivo* de pinos de retenção de titânio e banhados a ouro. Dois tipos pinos de retenção de titânio e um de aço inoxidável banhado a ouro foram testados. Doze pré-molares com envolvimento de doença periodontal foram preparados e seis pinos de cada material instalados. Metade das amostras foram restauradas com amálgama enquanto o restante foi restaurado com resina de ligação BisGMA e uma resina composta fotopolimerizável híbrida. Após 3 meses *in vivo*, os dentes foram extraídos, e os pinos foram removidos e examinados com uma microsonda de eletrons. A superfície dos pinos de titânio permaneceu lisa e sem defeitos. Os pinos banhados a ouro apresentaram fendas e poros. A resistência *in vivo* à corrosão dos pinos de titânio foi superior a dos pinos de aço inoxidável banhado a ouro.

Em 1992 Canay et al. [31] analisaram a resistência à corrosão de ligas odontológicas utilizadas em tratamentos protéticos. Ligas a base de ouro, prata-paládio e níquel-cromo foram submetidas a testes eletroquímicos. As ligas com maior concentração de ouro em sua composição foram extremamente resistentes à corrosão, seguidas das ligas de prata-paládio, menor concentração de ouro e ligas de níquel-crômio.

Em 1999 Cai et al., 1999 [32] estudaram o Ti cp com diferentes condições de superfície, utilizando a técnica de polarização anódica e teste de imersão, sugerindo que a rugosidade e a presença de superfície reativa afetam o Ti cp.

Em 2000 Zavanelli et al. [33] avaliaram a influência da corrosão na resistência á fadiga de ligas do titânio comercialmente puro e liga Ti- 6Al -4V em diferentes ambientes de armazenamento . Ensaio de resistência à corrosão e fadiga foram realizadas por meio de uma máquina de ensaios universal, com uma carga de 30 % mais baixa do que a resistência à deformação de 0,2% e sob a influência de ambientes diferentes: em ar , à temperatura ambiente , com solução de saliva artificial e com saliva sintética com fluoreto. Depois da falha, foram

registrados o número de ciclos, e as superfícies de fractura foram examinados com um SEM. Os resultados mostraram que não houve diferenças significativas entre os materiais quanto a resistência à fadiga para as amostras secas, no entanto, quando em contato com as soluções, a resistência fadiga foi significativamente reduzida, provavelmente por causa da produção de áreas de maior corrosão causada por reações entre a superfície das ligas e as soluções.

Em 2000 Benatti et al. [34] avaliaram *In vitro* a resistência à corrosão de 2 ligas à base de cobre - alumínio (Cu - Al e Cu - Al- Zn) em comparação com uma liga de níquel - cromo. Para o teste *in vitro*, as amostras foram imersas em três soluções: saliva artificial, cloreto de sódio a 0,9 % , sulfeto de sódio 1,0 %. Para o teste *in vivo*, as amostras foram incluídas em próteses totais, de modo que uma superfície fosse deixada exposta. Os locais de teste foram: perto da mucosa oral (local de auto - limpeza parcial), a superfície exposta à cavidade oral (local de auto - limpeza), e superfície inferior da prótese exposta à saliva por meios de uma perfuração em forma de túnel (ausência de auto-limpeza). Observaram que a liga de níquel-cromo apresentou alta resistência à corrosão. Ambas as ligas de cobre-alumínio mostraram corrosão considerável na solução de sulfureto e clinicamente em local de ausência de auto- limpeza. No entanto, em locais de auto – limpeza as duas ligas não mostraram corrosão substancial.

Em 2001 Koike et al.[35] avaliaram as propriedades corrosivas do titânio em diferentes valores de pH e concluíram que as propriedades corrosivas do titânio são intimamente dependentes do pH em ácido fórmico, e relativamente, menos dependente do pH , em ácido láctico, em que o titânio é solúvel em pH 1,0-8,5.

Em 2002 Sun et al.[36] comparam as características do comportamento corrosivo, *in vitro*, de três ligas de alta teor de paládio e uma liga de ouro – paládio, em fluido corporal simulado e ambientes orais. O potencial em circuito aberto de cada liga variou de acordo com a condição do teste e eletrólito utilizado. A resistência à corrosão foi semelhante para as quatro ligas testadas.

Em 2002 Canay et al . [37] investigaram o efeito do peróxido de carbamida 10% sobre a corrosão eletroquímica de várias ligas odontológicas utilizadas para próteses parciais fixas e amálgama dental. Curvas de extrapolação de Tafel foram obtidas pela célula de corrosão que facilitou a simulação do ambiente bucal e a comparação das taxas de corrosão das ligas e amálgama. Os resultados revelaram que as amostras de amálgama e a liga de níquel-cromo não polido apresentaram maior resistência a corrosão.

Em 2003 Cai et al. [38] estudaram o comportamento de corrosão *in vitro* de ligas de titânio e observaram que, após ensaios de corrosão eletroquímica, todas as composições da

ligas de titânios avaliadas, demonstraram excelente resistência à corrosão, dentro da gama de potencial de oxidação da cavidade oral.

Em 2006 Mabillean et al.[39] estudaram a resistência a corrosão do titânio em diferentes ambientes . Microscopia de força atômica (AFM) e microscopia eletrônica de varredura (MEV) foram utilizados para investigar a resistência à corrosão dos discos Ti cp após 9 dias de imersão em diferentes soluções: saliva artificial contendo F^- (0,5% e 2,5%) , H_2O_2 (0,1 % e 10 %) ou ácido láctico. O contato com bactérias e macrófagos também foi estudado, porque estes fatores podem liberar, localmente, alguns destes compostos oxidantes. Após os ensaios, a rugosidade da superfície (Ra) foi bastante aumentada quando os discos de titânio foram imersas em saliva artificial contendo F^- , H_2O_2 e ácido láctico. Concluíram que os componentes químicos, sejam ambientais ou aqueles liberados por macrófagos e bactérias, podem causar modificações significantes na superfície de titânio.

Em 2010 Souza et al. [40] estudaram simultaneamente desgaste e corrosão do titânio (Ti), na presença de biofilmes com *Streptococcus mutans* e *Candida albicans*. Ensaio de corrosão e tribocorrosão foram realizados após 48 horas e 216 horas da formação do biofilme. Os Testes de corrosão electroquímica indicaram diminuição na resistência à corrosão de Ti na presença dos biofilmes, embora o filme de TiO_2 tenham apresentado características de um filme de óxido compacto. Mesmo que o potencial de circuito aberto do Ti tenha indicado tendência para a corrosão na presença dos biofilmes, testes tribocorrosão revelaram baixa fricção no biofilme que recobria o Ti. As propriedades dos biofilmes foram semelhantes aos dos agentes lubrificantes utilizados para diminuir a taxa de desgaste dos materiais, no entanto, diminuição do pH promovida pelos microorganismos presentes no biofilme, podem conduzir a corrosão dos materiais à base de Titânio.

Em 2011 Abey et al.[41] avaliaram o comportamento eletroquímico do Titânio comercialmente puro em saliva artificial. Os seguintes valores de pH foram testados : 3.0, 4.5 , 6.0 , 6.5 , 7.5 , 9.0. As curvas potenciodinâmicas indicaram mudanças de comportamento em todos os pHs . Além disso, o valor I_{corr} determinado a partir da curva potenciodinâmica, assim como os gráficos de Nyquist, obtidos a partir da espectroscopia de impedância eletroquímica (EIS), indicaram que a menor resistência à corrosão ocorreu em pH 7,5. As imagens de MEV indicaram que nos pHs 6.5, 7.5 e 9.0 as amostras tiveram considerável corrosão de superfície. Concluíram que o pH exerce influência significativa sobre o comportamento de corrosão do Ti cp.

Em 2011 Barão et al. [42] analisaram eletroquimicamente a estabilidade do Ti cp e Ti6Al4V em saliva artificial com diferentes pHs. Observaram que o pH da saliva afetou

significativamente o comportamento de corrosão de ambos os tipos de Ti. Em pH ácido, ocorreu maior troca de íons entre o Ti e a saliva, sendo a redução da resistência a corrosão do Ti significativa ($P < 0,05$). Comportamento corrosivo semelhante foi observado para os dois tipos de Ti. Sendo assim, concluíram que o pH da saliva artificial influencia o comportamento corrosivo do Ti-cp e Ti-6Al-4V, principalmente quando é ácido.

Em 2011 Barão et al.[43] avaliaram o papel dos Lipopolissacarídeos no comportamento eletroquímico do Titânio. Testes eletroquímicos como: potencial de circuito aberto, curva de polarização potenciodinâmica e espectroscopia de impedância eletroquímica, foram conduzidos em ambiente controlado. Os LPS e o pH afetaram o comportamento corrosivo do Ti. Em geral, pH mais baixos e maior concentração de LPS aceleraram a corrosão do Ti. No grupo controle, o aumento do pH reduziu significativamente a taxa de corrosão. Nos grupos LPS, a diminuição do pH aumentou significativamente a taxa de corrosão do Ti. Contudo concluíram que o LPS influenciou negativamente o comportamento corrosivo do Ti.

Em 2012 Mathew et al.[44] investigaram a natureza tribocorrosiva do titânio em saliva artificial (pH 6,5) com lipopolissacarídeo (LPS). Espectroscopia de impedância eletroquímica foi realizada antes e depois da tribocorrosão para compreender as mudanças na cinética da corrosão. Superfícies desgastadas foram examinadas usando Interferômetro Digital 3D e MEV. Os valores totais de perda de peso e rugosidade foram calculados. O LPS afetou o comportamento tribocorrosivo de ambos os tipos de titânio acelerando a troca de íons entre o titânio e a saliva e afetando de forma negativa a resistência a corrosão da superfície do titânio ($p < 0,05$). A fricção diminuiu a proteção da superfície de titânio. De forma geral, o LPS afetou negativamente o comportamento de corrosão/desgaste do titânio, o que pode contribuir para o insucesso dos implantes dentários.

Em 2012 Galo et al.[45] estudaram o efeito do ambiente oral sobre a corrosão de ligas odontológicas com diferentes composições, utilizando métodos eletroquímicos. As taxas de corrosão foram obtidas a partir das curvas de corrente - potencial e espectroscopia de impedância eletroquímica (EIS). O efeito de saliva artificial sobre a corrosão das ligas dentárias foi dependente da composição da liga, assim como a troca de íons entre a saliva artificial e as ligas.

Em 2012 Toniollo et al. [46] avaliaram a superfície de titânio comercialmente puro (cpTi) após a exposição a diferentes concentrações de fluoreto de sódio (NaF). O experimento teve duração de 60 dias. As micrografias de SEM mostraram que a superfície de titânio exposto ao NaF apresentou corrosão, que variou de acordo com as diferentes concentrações de fluoreto na solução. Após o estudo os autores sugeriram que o uso de solução de NaF 0,05% em cpTi

é seguro, enquanto que a solução de NaF a 0,2% devem ser cuidadosamente avaliada em relação ao seu uso diário.

Em 2012 Mathew et al.[47] investigaram o efeito combinado de corrosão química e desgaste (tribocorrosão) na degradação do material dos implantes dentários (CpTi) sob os variados pHs do ambiente bucal. Discos de titânio (CpTi) foram submetidos a testes de deslizamento em saliva artificial com diferentes pHs : 3,0 , 6,0 , e 9,0. Um aparelho tribocorrosão personalizado foi utilizado para realizar os testes. O sistema tribológico consistia em uma bola de cerâmica de 28 mm de diâmetro de articulação contra a face plana do titânio. Apesar dos relatos de que o Ti cp é eletroquimicamente estável até pH 2,0, este estudo sugeriu picos de degradação em valores de pH quase neutro na presença de movimento. Estes resultados aumentam a preocupação no que diz respeito aos implantes dentários, porque o pH médio da cavidade oral, é de 6,3.

Em 2013 Souza et al. [48] avaliaram a influência de *Streptococcus mutans* sobre a corrosão do titânio. Biofilmes de *S. mutans* foram formados em amostras quadrados (10 mm × 10mm × 1mm) de titânio comercialmente puro (Ticp) utilizando um meio de cultura enriquecido com sacarose. Medições de potencial de circuito aberto (OCP) e espectroscopia de impedância eletroquímica (EIS) foram utilizados para avaliar o comportamento de corrosão do Ticp na presença de *S. mutans* em saliva artificial de Fusayama. A corrosão de amostras de Ticp sem biofilme também foi avaliada em saliva artificial. Biomassa dos biofilmes foi medida por espectrofotometria, utilizando a coloração de cristal violeta, depois de 1, 2 e 7 dias. Concluíram que presença de colônias de bactérias, tais como *S. mutans*, afetam negativamente a resistência à corrosão do titânio.

Em 2013 Barão et al.[49] avaliaram o papel de corrosão (em saliva artificial a pHs 3 , 6,5 e 9) na afinidade do lipopolissacarídeo (LPS) e as ligas de Titânio (Ticp e Ti6Al4V). A maior taxa de corrosão do Ticp e Ti6Al4V e uma maior adesão LPS para superfícies de titânio ($P < 0,05$) foram observadas em pH ácido. A afinidade de LPS foi maior para a liga de Ti6Al4V do que para Ticp ($P < 0,05$). Sendo assim, a afinidade Lipossacarídeos e as ligas de Ti são influenciadas pelo processo de corrosão.

Em 2013 Ribeiro et al.[50] avaliaram o comportamento eletroquímico de novas ligas e Ti35Nb5Zr Ti35Nb10Zr em saliva artificial a 37 ° C para verificar se eles são indicados para serem usados como biomateriais em odontologia como alternativas para ligas de Ti6Al4V em termos de eficiência de proteção contra a corrosão do material. Todas as ligas exibiram um aumento do potencial de corrosão com o tempo de imersão, que indica o crescimento e estabilização da camada passiva. As ligas Ti35Nb5Zr e Ti6Al4V ligas tiveram seus resultados

EIS interpretados por um circuito duplo, enquanto para a liga Ti35Nb10Zr um circuito simples foi utilizado. De um modo geral, as novas ligas TiNbZr mostraram comportamento semelhante ao observado para o Ti6Al4V.

2014 Barão et al. [51] avaliaram os efeitos de superfícies de titânio corroídas sobre a adesão de *Porphyromonas gingivalis*. Foram utilizadas ligas Ti6Al4V e Ti6Al4V. Após análise dos resultados sugeriram que um maior grau de corrosão na superfície de titânio pode promover o aumento de fixação bacteriana por agentes patogênicos orais.

Proposição

3. PROPOSIÇÃO

O objetivo deste estudo foi avaliar o efeito da escovação mecânica e corrosão na superfície do Ti cp. As hipóteses testadas foram:

- Quando submetidos à escovação mecânica prévia aos ensaios eletroquímicos os corpos-de-prova não apresentarão alteração ou apenas mínima redução da resistência à corrosão
- Maiores valores de rugosidade superficial serão observados nos grupos submetidos à escovação mecânica e ensaios eletroquímicos.
- As imagens da interferometria digital 3D e MEV, revelarão superfícies mais irregulares para os grupos submetidos à escovação mecânica e ensaios eletroquímicos.

Material e Método

4. MATERIAL E MÉTODO

Para a realização da fase experimental desta pesquisa, foi utilizada a liga de Titânio comercialmente puro, descrita no Tabela 1, com composição química explícita na Tabela 2.

Tabela 1. Liga odontológica.

Materiais	Nome Comercial	Procedência	Sigla
Titânio – cp	<i>Tritan</i>	Dentaurum, Inc, Pforzheim, Alemanha	Ti-cp

Tabela 2. Composição química da liga odontológica (% em peso)

liga	Ti	Outros
Ti-cp	99,5	0,5

4.1. Obtenção dos corpos-de-prova

Os espécimes foram preparados na forma de pastilhas, com 15,0 mm de diâmetro e 2,5 mm de espessura, pelo método de fundição por cera perdida, a partir de padrões obtidos por meio de matriz de teflon confeccionada na oficina de precisão do Departamento de Materiais Dentários e Prótese da Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto –USP (Figuras 1-A, B, C).

O espaçador colocado entre o embolo e o cilindro, garante a espessura do padrão de cera. Com a matriz montada, cera Picodip (Renfert, Hilzingen, Alemanha) liquefeita foi gotejada em excesso, com auxílio de conta gotas, na matriz de teflon previamente isolada com vaselina. A cera foi liquefeita no plastificador digital Hotty Led (Renfert GmbH, Hilzingen, Alemanha), que permitiu controlar a cera à temperatura de $75 \pm 5^{\circ}\text{C}$, conforme determina a especificação nº4 da American Dental Association.

Figura 1. Matriz para confecção do cursor das amostras:

- (A) matriz desmontada;
- (B) matriz montada uma visão anterior;
- (C) matriz montada uma visão superior.

Foi adotado tempo de espera de 10 minutos para que houvesse solidificação total da cera à temperatura ambiente (Figura 2).

Figura 2. Solidificação total da cera, na matriz.

Após este período, o excesso de cera foi removido e a superfície alisada com o auxílio de uma espátula plana. Em seguida, o padrão de cera assim elaborado, foi removido cuidadosamente da matriz de teflon, pela remoção do espaçador e acionamento do embolo. (Figura 3).

Figura 3. A pastilha de cera removida da matriz de teflon.

Para inclusão dos padrões de cera, foi empregado revestimento específico para a liga utilizada, como descrito no Tabela 3.

Tabela 3. Revestimento utilizado.

Revestimento	Procedência
Rematitam Plus	Dentaurum, Ispringen, Alemanha

Os padrões de cera foram incluídos no revetimento Rematitam Plus (Dentaurum, Ispringen, Alemanha) manipulado a vácuo, respeitando-se as instruções do fabricante. No mesmo anel de silicone foram incluídos 5 corpos-de-prova. (Figura 4)

Figura 4 . Corpos- de-prova unidos ao conduto de alimentação para inclusão no revestimento.

Na sequência os anéis de revestimentos foram levados ao forno Edgcon 5P (EDG, São Carlos, Brasil) (Figura 5).

Figura 5. forno Edgcon 5P (EDG, São Carlos, Brasil)

O ciclo de aquecimento dos anéis foi realizado de acordo com as recomendações dos fabricantes: aquecimento á velocidade de 5°C/mim da temperatura ambiente até 150 °C, permanecendo nesta temperatura por noventa minutos; aquecimento á velocidade de 5°C/mim até 250°C, permanecendo nesta temperatura por noventa minutos; aquecimento de 5°C/mim até

1000°C, permanecendo nesta temperatura por sessenta minutos; resfriamento à velocidade de 5°C/mim até 400°C.

Depois de removidos do forno, os anéis foram posicionados na máquina Rematitan (Dentaurun, Pforzheim, Alemanha) (figura 6) e as fundições realizadas por arco voltaico, sob vácuo e atmosfera de argônio, com injeção de metal sob vácuo-pressão.

Figura 6 . Máquina de fundição Rematitan (Dentaurun, Pforzheim, Alemanha)

Após os anéis serem resfriados em água foram realizadas as desinclusões e os espécimes obtidos receberam jateamento (Multjet III – EDG equipamentos e Controle Ltda. São Carlos, Brasil) para eliminação do revestimento aderido. Este jateamento foi realizado com partículas de óxido de alumínio de aproximadamente 110 µm de tamanho, com pressão de 80 lib/pol² (5,62 kgf/cm²) a fim de remoção dos resíduos de revestimentos e óxidos depositados sobre a superfície.

Em seguida, os espécimes tiveram suas extremidades separadas do pino do canal de alimentação. Os espécimes, após serem separados com disco de carborundum, foram preparados com brocas carbide e de óxido de alumínio.

Na face em que foi analisado o comportamento corrosivo foi executado o polimento metalográfico, em equipamento para polimento (Lixadeira Motorizada – Polipan-U – Pantec, Figura 7) iniciando-se com lixa d'água de granulação 180, passando para 240, 360, 400, 600, 800, 1200, 2000 e finalizando o polimento com discos de feltro e solução de sílica em suspensão.

Figura 7. Lixadeira Motorizada

Após finalizada a parte de confecção, os espécimes foram divididos em 4 grupos (n=6) de acordo com os testes que foram realizados (Tabela 4).

Tabela 4. Divisão dos grupos de acordo com os testes que as amostras foram submetidas

Grupos	Ensaio	Sequência de Ensaio
G1	C1	OCP + PA (a -250 mV) EIS (a -250 mV)
G2	C2	OCP + PC (a +1000 mV) EIS (a +1000 mV)
G3	E.M. + C1	Escovação mecânica (14.600 ciclos) + C1
G4	E.M. + C2	Escovação mecânica (14.600 ciclos) + C2
Legendas:		
	OCP: Potencial em Circuito Aberto	PA: Potencial Anódico
	EIS: Espectroscopia de Impedância Eletroquímica	PC: Potencial Catódico

4.2. Ensaio de escovação mecânica

Para escovação simulada foi utilizada uma máquina de escovação tipo Pepsodent (MAVTEC - Com. Peças, Acess. e Serv. Ltda. ME, Ribeirão Preto, SP, Brasil). Para cada ensaio foi utilizada uma escova macia (Tek, Johnson & Johnson Ind. Com. Ltda., São José dos Campos, SP, Brasil) por espécime. As escovas tiveram seus cabos removidos com auxílio de um motor de baixa rotação, peça reta e fresa maxicut (Edenta AG, Au, Suíça, Figura 8) para proporcionar o encaixe das cabeça das escovas nas sapatas da máquina de escovação (Figura

9) e fixa-las a partir de parafusos colocados nas laterais e na parte superior das sapatas. O peso que a máquina exerce no corpo de prova, com a escova acoplada, é de 200 gramas. O curso percorrido pela escova corresponde a 3,8 centímetros.

Figura 8. Cabeça da escova Tek cortada com baixa rotação, peça reta e fresa maxicut.

Figura 9. Cabeça da escova encaixada na sapata da máquina de escovação.

Para que houvesse perfeita adaptação da amostra e manutenção de uma mesma posição no momento da escovação, os espécimes foram fixados em placas de plexiglass (Acrilpress Artefatos de acrílico Ltda, Ribeirão Preto, SP, Brasil) desenvolvidas com um círculo no centro, nas dimensões do corpo-de-prova e fixadas nas cubas do aparelho(Figura 10).

Foram escovadas seis amostras simultaneamente, com velocidade de 356 rotações por minuto. Um volume de 20g de dentifrício foi suspenso em 20ml de água destilada (proporção 1:1) e misturados no manipulador a vácuo A 300 (Polidental Ltda., Cotia, SP, Brasil) e posteriormente vertido com seringa plástica (10 ml de solução) igualmente em cada cuba sobre os corpos-de-prova(Figura 11).

Figura 10. Placa de plexiglass com corpo-de prova fixada na cuba da máquina de escovação

Figura 11. Solução de água destilada e dentifrício vertido sobre cuba da máquina de escovação com seringa plástica.

A máquina foi acionada até seu display atingir 14.600 ciclos de escovação, que representa 1 ano de escovação por indivíduo saudável [52] que corresponde a 41 minutos de funcionamento da máquina de escovação. Após esse período a máquina era desligada, os corpos de prova removidos, lavados em água corrente e secos.

Nas amostras dos grupos G3 e G4 a escovação foi realizada após o ensaio de corrosão. Os grupos G1 e G2 não foram submetidos à escovação mecânica.

4.3. Ensaio de corrosão eletroquímica

Com a finalidade de determinar o comportamento corrosivo da liga, as amostras de todos os grupos, foram levadas ao aparelho de ultra-som (Ultrassom 1440 D Comércio de Equipamentos Médico - Odontológicos Ltda, Ribeirão Preto, SP, Brasil) para limpeza e remoção de qualquer resíduo de gordura da superfície dos corpos de prova com álcool isopropílico durante 15 minutos.

Em seguida, a superfície a ser analisada foi novamente levada ao ultra-som em água destilada, por um período de 10 minutos, para remoção do álcool, o que poderia levar a alterações da análise. Após o término da limpeza com ultrassom, a superfície foi seca com ar quente.

Logo após o preparo da superfície, os corpos-de-prova foram montados, um por vez, em uma célula eletroquímica apropriada para os ensaios de corrosão (Figura 12 A e 12 B). Para a execução de ensaios de corrosão foi utilizado o potenciostato/galvanostato, (modelo PGP201, Radiometer Copenhagen, Dinamarca) (Figura 13), assistido pelo software Voltamaster 1 concedido pela mesma companhia.

Figura 12. Célula eletroquímica. A - visão lateral e B - visão fronto –superior

Figura 13. Aparelho de corrosão potenciostato/galvanostato

A célula eletroquímica é constituída por um recipiente de 500 ml e uma tampa acrílica com orifícios (Figura 14 A). Nestes orifícios são introduzidos e fixos os seguintes eletrodos: (WE) - eletrodo de trabalho, constituído do material a ser testado (Figura 14 B); o eletrodo de referência tipo calomelano saturado (CA)(Figura 15) ; o eletrodo auxiliar de platina com 1 cm² de área (AE)(Figura 16). Na figura 17 (A e B) pode-se observar a célula eletroquímica montada.

Figura 14. (A) Célula eletroquímica montada com a solução de saliva artificial

Figura 14. (B) Eletrodo de trabalho – material utilizado no ensaio

Figura 15. Eletrodo de referência Calomelano (CA)

Figura 16. Eletrodo Auxiliar de Platina (AE)

Figura 17. (A) Célula eletroquímica com os eletrodos em posição.

Figura 17. (B) Célula eletroquímica preparada para o ensaio.

O eletrólito usado foi saliva artificial em pH de 5.5, a partir da fórmula de *Fusayama modificado por Meyer*, em uma temperatura de 37°C, controlada por meio de uma estufa confeccionada na oficina de precisão do Departamento de Materiais Dentários e Prótese da Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto – USP, com a finalidade de simular a temperatura do corpo humano (Figura 18).

Figura 18. Estufa confeccionada na FORP/USP 991177945

Para a análise de Potencial em Circuito Aberto (OCP), o período de mensuração foi de 1 hora, com leitura do potencial da amostra a cada 0,6 segundos.

No **Grupo G1** foi realizada a análise de Pontecial em Circuito Aberto (OCP), em seguida, aplicado um Potencial Anódico a -250 mV por 1 hora e logo após, realizada a Espectroscopia de Impedância Eletroquímica(EIS) a -250mV.

Para o **Grupo G2** foi realizada a análise de Pontecial em Circuito Aberto (OCP), em seguida, aplicado um Potencial Catódico a +1000 mV por 1 hora e logo após, realizada a Espectroscopia de Impedância Eletroquímica (EIS) a +1000 mV.

Os **Grupos G1 e G2** não foram submetidos ao teste de escovação mecânica.

O **Grupo G3** foi submetido, primeiramente, ao ensaio de escovação mecânica, sendo a máquina acionada até atingir 14.600 ciclos, que representa 1 ano de escovação por um indivíduo saudável [52] e corresponde a 41 minutos de funcionamento do equipamento. Posteriormente, foi realizado a mesma sequência do ensaio corrosivo do Grupo G1, ou seja: OCP + Aplicação de Potencial anódico a -250mV + EIS a -250 mV.

Para o **Grupo G4** primeiro foi realizado o ensaio de escovação mecânica, (14.600 ciclos). Em seguida, foi realizado a mesma sequência do ensaio corrosivo do Grupo G2, ou seja: OCP + Aplicação de Potencial Catódico a +1000 mV + EIS a +1000 mV.

4.4. Caracterização da superfície

4.4.1. Interferômetro digital 3D

Após os testes de escovação mecânica e corrosão eletrolítica, os corpos de prova foram submetidos à análise de superfície pelo Interferômetro Digital 3D (Zygo New View 6300, Zygo Corporation, Middlefield, CT, USA), na Rush University Medical Center – Chicago – Illinois, afim de verificar possíveis alterações da rugosidade superficial após os processos de abrasão e corrosão.

4.4.2. Microscopia eletrônica de varredura

A microscopia eletrônica de varredura foi realizada, como um recurso a mais, para caracterização da superfície dos corpos-de-prova após os ensaios propostos para cada grupo.

4.5. Análise estatística

Os valores obtidos após os ensaios eletroquímicos e as leituras de rugosidade foram submetidos a análise estatística Oneway ANOVA, para valores semelhantes, e para os demais Duncan.

Resultados

5. RESULTADOS

5.1. Potencial em circuito aberto (OCP)

Os valores médios do ensaio de potencial em circuito aberto foram agrupados na tabela 5 e gráfico 1.

Tabela 5. Valores Médios de Potencial em Circuito Aberto.

Grupo	E _{OCP} (V)
Grupo 1 (C1)	-0,212 ± 0,041 ^a
Grupo 2 (C2)	-0,200 ± 0,025 ^a
Grupo 3 (E.M.+C1)	-0,210 ± 0,027 ^a
Grupo 4 (E.M.+C2)	-0,186 ± 0,031 ^a

Gráfico 1. Média do Potencial em Circuito Aberto dos Grupos 1, 2, 3 e 4.

O gráfico 2 apresenta as curvas de evolução do OCP, obtidas a partir dos valores médios registrados de cada um dos corpos de prova para cada grupo, durante os 20 minutos de ensaio.

A observação do gráfico 2 mostra que, durante o teste eletroquímico, houve aumento do potencial para todos os grupos com diferentes padrões de curvas.

Gráfico 2. Evolução do potencial corrosivo em circuito aberto dos grupos 1, 2, 3 e 4.

O potencial inicial médio dos grupos foi diferente, sendo que o Grupo 1 apresentou o menor valor (-0,285 V), seguido dos Grupos 2 (-0,280 V), 3 (-0,250 V) e 4 (-0,248 V).

Os valores médios do potencial registrado para os espécimes do Grupo 1 mostram aumento gradual durante os primeiros 5 minutos, seguido de pequena diminuição do quinto ao décimo minuto, e novo aumento nos últimos 10 minutos, até alcançar, ao final dos 20 minutos de teste, valor médio de -0,212 V.

Ao analisar a curva do Grupo 2 (gráfico 2), nota-se que os valores médios do potencial apresentaram aumento durante todo o teste, sendo menor no primeiro minuto, mais intenso do segundo ao quinto minuto, tendo aumento intermediário nos últimos 10 minutos, finalizando o teste com valor médio de -0,200 V.

Para o Grupo 3, as médias do Potencial em Circuito Aberto apresentaram diminuição nos primeiros minutos seguido de aumento gradual, alcançando ao final do teste eletroquímico valor médio de -0,210 V.

O Grupo 4 iniciou o teste com o maior valor médio de potencial em circuito aberto (-0,248V), tendo oscilação de potencial nos primeiros 2 minutos e posterior aumento gradual atingindo, ao final do teste, potencial médio de -0,186 V.

Contudo, mesmo com as variações entre os grupos, após análise estatística (Oneway ANOVA) foi constatado não haver diferença significativa entre os grupos testados ($p \geq 0,05$).

5.2. Espectroscopia de impedância eletroquímica (EIS)

Os valores médios do ensaio de espectroscopia de impedância eletroquímica (EIS) foram agrupados na Tabela 6 e Gráfico 3. Eles representam a resistência a polarização de média entre os espécimes de cada grupo, após os testes eletroquímicos e mecânicos. Estes resultados foram analisados com o auxílio do *Software Z View 2*. O circuito Simples (Figura 19) demonstrou-se, mais compatível com os dados obtidos, sendo utilizado como padrão durante a análise dos resultados.

Figura 19. Circuito Simples

Tabela 6 . Valores de $R_{\text{óxido}}(\text{M}\Omega/\text{cm}^2)$ obtidos a partir da EIS .

Grupo	$R_{\text{óxido}}(\text{M}\Omega/\text{cm}^2)$
Grupo 1 (C1)	$0.62 \pm 0,12^a$
Grupo 2 (C2)	$0.65 \pm 0,10^a$
Grupo 3 (E.M.+C1)	$2.10 \pm 0,68^b$
Grupo 4 (E.M.+C2)	$1.42 \pm 0,62^b$

Gráfico 3. Valores de $R_{\text{óxido}}(\text{M}\Omega/\text{cm}^2)$ obtidos a partir da EIS .

A resistência do óxido ($R_{\text{óxido}}$) observada após a EIS a -250 mV (grupos 1 e 3) e a $+1000$ mV (grupos 2 e 4) apresenta valores estaticamente diferentes entre si ($p \leq 0,05$), sendo que os grupos 1 e 2, submetidos somente ao teste eletroquímico, demonstraram menor resistência do óxido, quando comparados com os grupos 3 e 4, escovados mecanicamente antes do teste eletroquímico.

As curvas do gráfico de Nyquist (gráfico 4), obtidas com o teste de EIS, demonstram a diferença de Resistência do óxido, sendo que quando menores os valores do eixo Y, menor a resistência à corrosão do filme formado.

Gráfico 4. Gráfico de Nyquist. Valores deobtidos no ensaio de EIS .

5.3.Caracterização da superfície

5.3.1. Interferômetro digital 3D

Análise de superfície, com auxílio do Interferômetro Digital 3D (Zygo- Rush Medical Center , Chicago, Illinois), foi realizada com o intuito de caracterizar as superfícies dos espécimes e aferir a rugosidade obtida após os teste mecânicos e eletroquímicos.

O valores de rugosidade (Rms e Ra) obtidos para cada grupo, pelo *Software* MetroPro, foram reunidos no Tabela 7 e nos Graficos 5 e 6 .

A Figuras 20, 21, 22 e 23, detalham em diferentes formas de apresentação a condição final das superfícies dos espécimes, após os testes propostos para cada grupo. É possível analisar qualitativamente a superfície a partir de uma imagem plana, cor dourada, que retrata as características nanométricas da superfície. Análise quantitativas podem ser realizadas baseadas nas imagens B, C e D das Figuras 1,2,3 e 4, que quantificam em nanômetros as irregularidades

da superfície, sendo a apresentação dos dados em formatos bi e tridimensionais, favoráveis ao melhor entedimento dos dados obtidos.

Tabela 7 . Valores de Rugosidade (Rms e Ra) após teste eletroquímicos e mecânicos propostos para cada Grupo.

Grupos	Rms (nm)	Ra (nm)
Grupo 1 (C1)	204,22 $\pm$ 90 ^a	162,62 $\pm$ 75 ^a
Grupo 2 (C2)	281,34 $\pm$ 52 ^a	222,68 $\pm$ 45 ^a
Grupo 3 (E.M.+C1)	202,11 $\pm$ 11 ^a	164,06 $\pm$ 9 ^a
Grupo 4 (E.M.+C2)	198,42 $\pm$ 51 ^a	156,49 $\pm$ 45 ^a

Gráfico 5. Valores de rugosidade (Rms) Grupos 1,2,3 e 4

Gráfico 6. Valores de rugosidade (Ra) Grupos 1,2,3 e 4

Figura 20. (A) e (B): Imagens Bidimensionais , monocromática e estratificada , escala nanométrica. (C) e (D): Imagens Tri dimensionais, estratificada , escala nanométrica. Grupo 1.

Figura 21. (A) e (B): Imagens Bidimensionais , monocromática e estratificada , escala nanométrica. (C) e (D): Imagens Tri dimensionais, estratificada , escala nanométrica. Grupo 2.

Figura 22. (A) e (B): Imagens Bidimensionais , monocromática e estratificada , escala nanométrica. (C) e (D): Imagens Tri dimensionais, estratificada , escala nanométrica. Grupo 3

Figura 23. (A) e (B): Imagens Bidimensionais , monocromática e estratificada , escala nanométrica. (C) e (D): Imagens Tri dimensionais, estratificada , escala nanométrica. Grupo 4

Após análise estatística (One way ANOVA), constatou-se não haver diferença significativa entre os valores de rugosidade obtidos.

5.3.2. Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

Da mesma forma que análise realizada pelo Interferômetro Digital 3D, a Microscopia Eletrônica de Varredura (Figura 24) foi realizada no Rush Medical Center, Chicago, Illinois, afim de contribuir com análise qualitativa das superfícies dos espécimes após os teste mecânicos e eletroquímicos propostos.

Figura 24 – MEV dos Grupos 1,2,3 e 4. Aumento de 250 vezes , escala em µm.

A imagens obtidas (Figura 24), mostram que a superfície dos espécimes dos grupos 1 (corrosão 1) e 2 (Corrosão 2), apresentam-se mais irregulares, quando comparadas as superfícies dos grupos 3 e 4, que foram escovados e posteriormente submetidos ao mesmo teste de corrosão, respectivamente.

Foi possível observar que a superfície dos corpos-de-provas dos grupos 1 e 3, submetidos ao mesmo ensaio eletroquímico (OCP + PA (a -250 mV) + EIS (a -250 mV)), apresentaram superfícies semelhantes, com estrias, presentes em menor quantidade e menos evidentes, no Grupo 3, que foi escovado previamente ao teste de corrosão eletroquímico.

Para os Grupos 2 e 4, também submetidos ao mesmo ensaio eletroquímico (OCP + PA (a +1000 mV) + EIS (a +1000mV)), o mesmo comportamento foi observado. No entanto não há presença de estrias. Os corpos-de-prova dos Grupos 2 e 4, apresentaram irregularidades, que estão presentes em menor quantidade e menos evidentes nas superfícies das amostras do Grupo 4, escovados previamente ao ensaio de corrosão.

Discussão

4. DISCUSSÃO

A resistência à corrosão das ligas odontológicas vem sendo estudada e testada há anos, com o propósito de prevenir insucessos dos tratamentos odontológicos devido à falhas nos materiais utilizados, por processo de corrosão.

Ao longo dos anos uma quantidade expressiva de ligas metálicas foi intensamente estudada. Tais estudos englobam desde o amalgama dental, ainda muito utilizado para restaurações diretas, até as ligas áuricas, passando por ligas de prata, cobre, ligas à base de cobalto e de níquel, e mesmo ligas à base de titânio. Este último material quase sempre associado a procedimentos que envolvem reabilitação oral por intermédio da colocação de implantes. [24-52].

Com o aumento do uso das ligas a base de Titânio, pela popularização cada vez maior das técnicas da implantodontia, inúmeros testes e estudos já foram propostos e realizados como forma de inferir a biocompatibilidade e o excelente desempenho desse material no meio bucal.

Diferentes metodologias são utilizadas para avaliar a resistência à corrosão do Titânio [33, 34, 36, 39-45, 47-52]. Em 1979 Duc et al.[25] desenvolveram uma célula fechada para ensaios de corrosão e um programa de polarização. Atualmente, técnicas semelhantes ainda são empregadas nos testes eletroquímicos das ligas odontológicas.

Com o intuito de simular, in vitro, ambiente mais próximo possível da cavidade bucal, ligas metálicas vêm sendo testadas em diferentes meios, tais como: saliva artificial em diferentes pHs [24, 36, 42,43,48], fluoretos [34,40,47], peróxido [38,40], expostas à biofilme [41, 49] entre outras substâncias presentes na boca.

Por outro lado estudos de interação da corrosão com a abrasão (processo denominado tribocorrosão) demonstraram que tal associação exerce papel importante na longevidade das ligas odontológicas [45]. Em 2012 Mathew et al.[48] investigaram o efeito combinado de corrosão química e desgaste (tribocorrosão) na degradação do material dos implantes dentários (Ticp) sob variados pHs do ambiente bucal. Discos de titânio (Ticp) foram submetidos a testes de deslizamento em saliva artificial com diferentes pHs : 3,0 , 6,0 , e 9,0. Um aparelho de tribocorrosão personalizado foi utilizado para realizar os testes. O sistema tribológico consistia em uma bola de cerâmica de 28 mm de diâmetro de articulação contra a face plana do titânio. Observaram, apesar dos relatos de que o Ti cp é eletroquimicamente estável até pH 2,0, a existência de picos de degradação, em valores de pH quase neutro, na presença de movimento.

Os resultados obtidos no presente estudo mostram não haver alteração estatisticamente significativa na rugosidade superficial dos corpos-de-prova entre os grupos testados. No entanto, as imagens obtidas através dos testes de Interferometria Digital 3D e Microscopia eletrônica de varredura (Figuras 21 -24), sugerem a formação de superfícies com menos irregularidades, para os grupos 3 e 4, os quais foram submetidos a escovação mecânica antes dos ensaios eletroquímicos.

Os resultados da resistência do óxido ($R_{\text{óxido}}$) observada após a EIS á -250 mV (grupos 1 e 3) e á + 1000 mV(grupos 2 e 4) apresenta valores estaticamente diferentes entre si ($p \leq 0,05$), sendo que os grupos 1 e 2 , submetidos somente ao teste eletroquímico, demonstraram menor resistência do óxido, quando comparados com os grupos 3 e 4, escovados mecanicamente antes do teste eletroquímico. Esses dados sugerem que a escovação prévia ao ensaio eletroquímico, contribuiu para o aumento da resistência da camada de óxido formada na superfície dos corpos-de-prova, sendo que a abrasão ocasionada pela escovação pode ter removido partículas maiores da camada de óxido presente sobre a superfície das amostras, e que após um período de repassivação do titânio, uma nova camada de óxido mais homogenia e compacta, pode ter sido formada (Figura 25). Resultados semelhantes, relacionados à resistência à corrosão de ligas metálicas submetidas a situações de abrasão diária que acontecem na cavidade bucal, foram relatados por Benatti et al. [35] que avaliaram *in vitro* e *in vivo* a resistência à corrosão de 2 ligas à base de 2 ligas de cobre - alumínio (Cu - Al e Cu - Al- Zn) em comparação com uma liga de níquel - cromo. Para o teste *in vitro*, as amostras foram imersas em três soluções: saliva artificial, cloreto de sódio a 0,9 %, sulfeto de sódio 1,0 %. Para o teste *in vivo*, as amostras foram incluídas em próteses totais, de modo que uma superfície fosse deixada exposta. Os locais de teste foram: perto da mucosa oral (local de auto - limpeza parcial), a superfície exposta à cavidade oral (local de auto - limpeza), e superfície inferior da prótese exposta à saliva por meios de uma perfuração em forma de túnel (ausência de auto-limpeza). Observaram que a liga de níquel-cromo apresentou alta resistência à corrosão. Ambas as ligas de cobre-alumínio mostraram corrosão considerável na solução de sulfureto e clinicamente em local de ausência de auto- limpeza. No entanto, em locais de auto – limpeza as duas ligas não mostraram corrosão substancial.

Figura 25. Esquema sugestivo do comportamento da camada de óxido sobre a superfície do Ti cp, antes e após escovação mecânica. (A) Superfície da amostra antes dos ensaios mecânicos e eletroquímicos; (B) Escovação mecânica; (C) superfície após escovação; (D) superfície após escovação e ensaio eletroquímico.

Contudo, fica evidente a importância de testar as ligas odontológicas utilizando diferentes metodologias, com o propósito de simular o ambiente bucal e suas adversidades.

Embora o Ti exposto ao meio ambiente, apresente a formação de uma densa e estável camada de óxido (TiO₂) sobre a sua superfície, que desempenha papel importante quanto à resistência a corrosão do material [23], quando submetido a um ambiente ácido, fluoretos e saliva, a camada de proteção criada pelo filme de óxido depositado na superfície do material pode ser removida e um processo de corrosão é inicializado [8,10]. O processo de corrosão pode ser influenciado também, pela remoção de íons devido à abrasão dos alimentos, líquidos e com a escovação [2]. No entanto, a literatura a respeito do comportamento corrosivo da superfície do titânio submetida a escovação, foi pouco explorada.

Com o intuito de desenvolver uma nova metodologia envolvendo ensaios eletroquímicos e escovação mecânica, este estudo foi realizado, iniciando os testes pelo Titânio cp, material de grande aplicação na odontologia atual.

Diferente do esperado, os resultados que hipoteticamente deveriam apontar prejuízos ou nenhuma alteração da resistência à corrosão das amostras de Ti cp, revelou melhores resultados para os grupos submetidos à escovação mecânica antes dos ensaios eletroquímicos. Tais resultados motivam a realização outras pesquisas, a procura de explicações mais concretas para o comportamento observado.

Conclusão

5 CONCLUSÃO

Concluiu-se que a escovação interfere positivamente na resistência à corrosão do Ti cp, tornando a camada de óxido superficial mais regular e resistente à corrosão.

Quando submetidos à escovação mecânica prévia aos ensaios eletroquímicos os corpos-de-prova apresentaram aumento da resistência à corrosão.

Não houve diferença estatisticamente significativa nos valores de rugosidade superficial para os grupos testados.

As imagens da interferometria digital 3D e MEV, revelaram superfícies mais regulares para os grupos submetidos à escovação mecânica e ensaios eletroquímicos.

Referências

REFERÊNCIAS

1. Adell R, Lekholm U, Rockler, B.; Brånemark PI. A 15-year study of osseointegrated implants in the treatment of the edentulous jaw. *Int J Oral Surg* 1981;10:387-416.
2. Géis-Gerstofer J. In vitro corrosion measurements of dental alloys. *J Dent* 1994;22:247-251.
3. Ratner BD, Hoffman AS, Schoen FJ, Lemons JE. In: *Biomaterials Science: An introduction to materials in medicine*; 2^{sd} ed. Pressed by Academic Press, 2004.
4. Anusavice KJ. In: *Materiais Dentários de Phillips*. 10^a ed. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan; 1998. p.709.
5. Dong et al 1999; Dong, Y.M, Pearce, E.I., Yue, L., Larsen, M.J., Gao, X.L. & Wang, J.D.. (1999) Plaque pH and associated parameters in relation to caries. *Caries Research* 33: 428–436.
6. Gregory-Head, B.L., Curtis, D.A., Kim, L. & Cello, J. (2000) Evaluation of dental erosion in patients with gastroesophageal reflux disease. *The Journal of Prosthetic Dentistry* 83: 675–680;
7. Murrell, S., Marshall, T.A., Moynihan, P.J., Qian, F. & Wefel, J.S.. (2010) Comparison of in vitro erosion potentials between beverages available in the United Kingdom and the United States. *Journal of Dentistry* 38: 284–289
8. Nikolopoulou, F. (2006) Saliva and dental implants. *Implant Dentistry* 15: 372–376.
9. Vieira, A.C., Ribeiro, A.R., Rocha, L.A. & Celis, J.-P.. (2006) Influence of pH and corrosion inhibitors on the tribocorrosion of titanium in artificial saliva. *Wear* 261: 994–1001.
10. Correa, C.B., Pires, J.R., Fernandes-Filho, R.B., Sartori, R. & Vaz, L.G.. (2009) Fatigue and fluoride corrosion on streptococcus mutans adherence to titanium-based implant/component surfaces. *Journal of Prosthodontics* 18: 382–387.

11. Barão VAR, Mathew MT, Assunção WG, Yuan JC-C, Wimmer MA, Sukotjo C. Stability of cp-Ti and Ti-6Al-4V alloy for dental implants as a function of saliva pH an electrochemical study. *Clin. Oral Impl. Res.*23,2012, 1055–1062
12. Hsu HC, Yen SK. Evaluation of metal ion release and corrosion resistance of ZrO₂ thin coatings on the dental Co-Cr alloys. *Dent Mater* 1998;5:339-346.
13. Nakagawa, M., Matsuya, S. & Udoh, K. (2002) Effects of fluoride and dissolved oxygen concentrations on the corrosion behavior of pure titanium, and titanium alloys. *Dental Materials Journal* 21:83–92.
14. Sarkar NK, Fuys RA, Stanford JW. The chloride corrosion behavior of silver-base casting alloys. *J Dent Res* 1979;58;1572-1577.
15. Erickson I, Lekholm U, Bränemark PI, Lindhe J, Glantz PO, Nyman S. A clinical evaluation of fixed bridge restorations supported by the combination of teeth and osseointegrated titanium implants. *J Clin Periodontol* 1986;13:307-312.
16. Palaghias G, Eliades G, Vougiouklakis G. In vivo corrosion behavior of gold-plated versus titanium dental retention pins. *J Prosthet Dent* 1992;67:194-198.
17. Reclaru L, Meyer JM. Study of corrosion between a titanium implant and dental alloys. *J Dent* 1994;22:159-168.
18. Kedici SP, Aksüt AA, Kılıçarslan MA, Bayramoglu G, Gökdemir K. Corrosion behavior of dental metals and alloys in different media. *J Oral Rehab* 1998;25:800-808.
19. Bayramoglu G, Alemdaroglu T, Kedici S, Aksüt A A. The effect of pH on the corrosion of dental metal alloys. *J Oral Rehab* 2000;27:563-575.
20. Brune D. Metal release from dental biomaterials. *Biomaterials* 1986;7:163-175.
21. Bumgardner JD, Lucas LC. Surface analyses of nickel-chromium dental alloys. *Dent Mater* 1993;9:252-259.
22. Géis-Gerstöfer J, Pässler K. Studies on the influence of Be content on the corrosion behavior and mechanical properties of Ni-25Cr-10Mo alloys. *Dent Mater* 1994;9:177-181.

23. Huang, H.H. (2003) Effect of fluoride and albumin concentration on the corrosion behavior of Ti-6Al-4V alloy. *Biomaterials* 24: 275–282
24. Fusayama T, Katayori T, Nomoto S. Corrosion of gold and amalgam placed in Contact with each other. *J dent res.* 1963 sep-oct;42:1183-97.
25. Duc HD, Tissot P. Detection of soluble species produced during anodic Polarization of dental amalgam by rotating ring-disc electrode. *J dent res.* 1979 Jun;58(6):1578-80.
26. Sarkar NK, Fuys RA Jr, Stanford JW. The chloride corrosion behavior of Silver-base casting alloys. *J dent res.* 1979 jun;58(6):1572-7.
27. Gettleman L. The problem of corrosion and tarnish of dental restorative and implant metals. *Biomater med devices artif organs.* 1979;7(2):191-8
28. Gettleman L, Cocks FH, Darmiento LA, Levine PA, Wright S, Nathanson D. Measurement of in vivo corrosion rates in baboons, and correlation with in vitro tests. *J dent res.* 1980 apr;59(4):689-707.
29. Bapna MS, Mueller HJ. Corrosion of dental burs in sterilizing and disinfecting Solutions. *J prosthet dent.* 1988 apr;59(4):503-11.
30. Palaghias G, Eliades G, Vougiouklakis G. In vivo corrosion behavior of gold-plated versus titanium dental retention pins. *J prosthet dent.* 1992 Feb;67(2):194-8.
31. Canay S, Oktemer M. In vitro corrosion behavior of 13 prosthodontic alloys. *Quintessence int.* 1992 apr;23(4):279-87.
32. Cai Z, Nakajima H, Woldu M, Berlund A, Bergman M, Okabe T. In vitro corrosion resistance of titanium made using different fabrication methods. *Biomaterials* 1999;20:183-190.
33. Zavanelli RA, Pessanha Henriques GE, Ferreira I, De Almeida Rollo JM. Corrosion-fatigue life of commercially pure titanium and ti-6al-4v alloys in different storage environments. *J prosthet dent.* 2000 sep;84(3):274-9.
34. Benatti OF, Miranda WG Jr, Muench A. In vitro and in vivo corrosion evaluation of nickel-chromium- and copper-aluminum-based alloys. *J prosthet dent.* 2000 Sep;84(3):360-3

35. Koike M, Fujii H. The corrosion resistance of pure titanium in organic acids. *Biomaterials*. 2001 Nov;22(21):2931-6.
36. Sun D, Monaghan P, Brantley WA, Johnston WM. Potentiodynamic polarization Study of the in vitro corrosion behavior of 3 high-palladium alloys and a Gold-palladium alloy in 5 media. *J prosthet dent*. 2002 jan;87(1):86-93.
37. Canay S, Cehreli MC, Bilgiç S. In vitro evaluation of the effect of a current bleaching agent on the electrochemical corrosion of dental alloys. *J Oral Rehabil*. 2002 Oct;29(10):1014-9.
38. Cai Z, Shafer T, Watanabe I, Nunn ME, Okabe T. Electrochemical characterization of cast titanium alloys. *Biomaterials*. 2003 Jan;24(2):213-8.
39. Mabillean G, Bourdon S, Joly-Guillou ML, Filmon R, Baslé MF, Chappard D. Influence of fluoride, hydrogen peroxide and lactic acid on the corrosion resistance of commercially pure titanium. *Acta Biomater*. 2006 Jan;2(1):121-9.
40. Souza JC, Henriques M, Oliveira R, Teughels W, Celis JP, Rocha LA. Do oral biofilms influence the wear and corrosion behavior of titanium? *Biofouling*. 2010 May;26(4):471-8. doi: 10.1080/08927011003767985.
41. Abey S, Mathew M, Lee D, Knoernschild KK, Wimmer MA, Sukotjo C. Electrochemical Behavior of Dental Implants (CpTi): Influence of pH of Artificial Saliva. *J Oral Implantol*. 2011 Nov 21.
42. Barão VA, Mathew MT, Assunção WG, Yuan JC, Wimmer MA, Sukotjo C. Stability of cp-Ti and Ti-6Al-4V alloy for dental implants as a function of saliva pH – an electrochemical study. *Clin Oral Implants Res*. 2012 Sep;23(9):1055-62. doi:10.1111/j.1600-0501.2011.02265.x.
43. Barão VA, Mathew MT, Assunção WG, Yuan JC, Wimmer MA, Sukotjo C. The role of lipopolysaccharide on the electrochemical behavior of titanium. *J Dent Res*. 2011 May;90(5):613-8. doi: 10.1177/0022034510396880.
44. Mathew MT, Barão VA, Yuan JC, Assunção WG, Sukotjo C, Wimmer MA. What is the role of lipopolysaccharide on the tribocorrosive behavior of titanium? *J MechBehav Biomed Mater*. 2012 Apr;8:71-85. doi: 10.1016/j.jmbbm.2011.11.004. Epub 2011 Nov 20.

45. Galo R, Ribeiro RF, Rodrigues RC, Rocha LA, de Mattos Mda G. Effects of chemical composition on the corrosion of dental alloys. *Braz Dent J.* 2012;23(2):141-8.
46. Toniollo MB, Galo R, Macedo AP, Rodrigues RC, Ribeiro RF, Mattos Mda G. Effect of fluoride sodium mouthwash solutions on cpTi: evaluation of physicochemical properties. *Braz Dent J.* 2012;23(5):496-501.
47. Mathew MT, Abbey S, Hallab NJ, Hall DJ, Sukotjo C, Wimmer MA. Influence of pH on the tribocorrosion behavior of CpTi in the oral environment: synergistic interactions of wear and corrosion. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2012 Aug;100(6):1662-71.
48. Souza JC, Ponthiaux P, Henriques M, Oliveira R, Teughels W, Celis JP, Rocha LA. Corrosion behaviour of titanium in the presence of *Streptococcus mutans*. *J Dent.* 2013 Jun;41(6):528-34.
49. Barão VA, Mathew MT, Yuan JC, Knoernschild KL, Assunção WG, Wimmer MA, Sukotjo C. Influence of corrosion on lipopolysaccharide affinity for two different titanium materials. *J Prosthet Dent.* 2013 Dec;110(6):462-70.
50. Ribeiro AL, Hammer P, Vaz LG, Rocha LA. Are new TiNbZr alloys potential substitutes of the Ti6Al4V alloy for dental applications? An electrochemical corrosion study. *Biomed Mater.* 2013 Dec;8(6):065005
51. Barão VA, Yoon CJ, Mathew MT, Yuan JC, Wu CD, Sukotjo C. Attachment of *Porphyromonas Gingivalis* to Corroded Commercially Pure Titanium and Titanium-Aluminum-Vanadium Alloy. *J Periodontol.* 2014 Jan 20.
52. Wiegand A, Kuhn M, Sener B, Roos M, Attin T. Abrasion of eroded dentin caused by toothpaste slurries of different abrasivity and toothbrushes of different filament diameter. *J Dent.* 2009;37(6):480-4.