



UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE RIBEIRÃO PRETO
DEPARTAMENTO DE MATERIAIS DENTÁRIOS E PRÓTESE
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM REABILITAÇÃO ORAL



IZABELA FERREIRA

**Caracterização microestrutural de resinas acrílicas constituídas de
semicondutores para promoção de atividade antimicrobiana**

Ribeirão Preto

2023

IZABELA FERREIRA

Caracterização microestrutural de resinas acrílicas constituídas de semicondutores para promoção de atividade antimicrobiana

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

Área de Concentração: Reabilitação Oral

Orientadora: Profa. Dra. Andréa Cândido dos Reis

Versão Corrigida

Ribeirão Preto

2023

Autorizo a reprodução e divulgação 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 da USP – Ribeirão Preto

Ferreira, Izabela

Caracterização microestrutural de resinas acrílicas constituídas de semicondutores para promoção de atividade antimicrobiana; Orientadora, Andréa Cândido dos Reis. – 2023

110 f.: il. + 1 DVDs

Dissertação (Mestrado em Reabilitação Oral) – Programa de Pós-graduação em Reabilitação Oral, Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto, Universidade de São Paulo, Ribeirão Preto, 2023.

Versão Corrigida

1. Semicondutores. 2. Resina acrílica. 3. Vanadato de prata nanoestruturado decorado com nanopartículas de prata. 4. Tugstato de prata. 5. Atividade antimicrobiana. 6. Microestrutura. 7. Propriedades físicas e mecânicas.

Ferreira, I. **Caracterização microestrutural de resinas acrílicas constituídas de semicondutores para promoção de atividade antimicrobiana.** 2023. 110 f. Dissertação (Mestrado em Reabilitação Oral) – Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto, Universidade de São Paulo, Ribeirão Preto, 2023.

Aprovado em: ____/____/____

BANCA EXAMINADORA

Prof. (a) Dr. (a) _____

Instituição: _____

Julgamento: _____

Prof. (a) Dr. (a) _____

Instituição: _____

Julgamento: _____

Prof. (a) Dr. (a) _____

Instituição: _____

Julgamento: _____

DEDICATÓRIA

A **Deus**, por me permitir viver esse sonho e me guiar por estes caminhos iluminados.

Aos meus avós, **Eunice Bernini da Silva, Osvaldo Honorato da Silva, Sueli Luzia Ferreira** e **Geraldo Ferreira** por terem feito tudo o que puderam para certificar que eu realizasse meus sonhos, me amaram incondicionalmente e foram minha casa.

Aos meus pais, **Adriana Aparecida da Silva** e **Wagner Ferreira** por todo o incentivo, palavras, apoio, conselhos, orações e por serem grandes exemplos na minha vida. Eu amo muito vocês, obrigada por tudo!

As minhas irmãs, **Gabrielle Ferreira** e **Ana Livia da Silva Oliveira** pelo companheirismo, amizade e amor, vocês são luz na minha vida, não seria nada sem vocês. Dividir a vida com vocês é o meu maior presente!

A minha sobrinha, **Maria Luiza Augusto**, que preencheu os meus dias com mais amor, luz, carinho e tornou tudo mais leve! Não sabia que era possível amar tanto alguém assim!

Aos meus **amigos e familiares**, em especial **Ana Luiza da Freiria, Guilherme Ferreira Defina, Gabriel Ferreira Matias, Melissa Gomes da Silva, Rodolfo Augusto, Edvaldo Honorato da Silva** e **Viviane Ferreira** por estarem ao meu lado e sempre proporcionar momentos incríveis.

AGRADECIMENTO ESPECIAL

A minha orientadora, **Profa. Dra. Andréa Cândido dos Reis**, agradeço pelos sete anos de orientação. Por sua dedicação ímpar nos ensinamentos e treinamentos diários para nosso desenvolvimento como seres humanos, pesquisadores, professores e profissionais justos, com consciência da importância de devolver a sociedade de todo o investimento depositados em mim desde a Iniciação Científica. Obrigada por me introduzir no meio acadêmico e científico e por acreditar em mim e na minha capacidade. Espero estarmos juntas por muito tempo. Gratidão!

As pós-doutorandas, **Profa. Dra. Ana Beatriz Vilela Teixeira** e **Profa. Dra. Mariana Lima da Costa Valente**, agradeço pela disponibilidade e paciência na colaboração com o meu crescimento e desenvolvimento intelectual, pessoal e profissional durante estes sete anos de participação com o grupo de pesquisa. Serei sempre grata pelos ensinamentos ofertados por vocês!

Gratidão!

AGRADECIMENTOS

A **Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo**, representada pelo Diretor Prof. Dr. Paulo Nelson Filho, por proporcionar formação de qualidade aos alunos.

Ao **Prof. Dr. Ricardo Faria Ribeiro**, chefe do Departamento de Materiais Dentários e Prótese, por sua dedicação e respeito inestimável.

A **Profa. Dra. Andréa Cândido dos Reis**, Coordenadora do curso de Pós-graduação em Odontologia (Reabilitação Oral), pela dedicação ao Programa e crescimento profissional dos pós-graduandos.

Aos **Professores da Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto FORP-USP** pelos ensinamentos recebidos durante toda graduação e pós-graduação.

Ao **Prof. Dr. Elson Longo**, e ao pós-doutorando **Marcelo de Assis**, da **Universidade Federal de São Carlos (UFSCar)**, pela parceria para a realização deste projeto.

Ao **Prof. Dr. José Augusto Marcondes Agnelli**, da **Universidade Federal de São Carlos (UFSCar)** pela parceria de sempre nas pesquisas realizadas junto à Profa. Dra. Andréa Cândido dos Reis.

A **Prof. Regina Guenka Palma Dibb**, por sua colaboração, disponibilidade de tempo e atenção no desenvolvimento deste projeto.

Ao **Prof. Dr. Oswaldo Luiz Alves** (*in memoriam*), por toda a contribuição com o desenvolvimento da pesquisa brasileira e pela parceria com o grupo de pesquisa que possibilitou a minha formação.

A **Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo**, pela concessão da Bolsa de Mestrado (2021/02306-6).

A **Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior CAPES**, pela concessão da primeira Bolsa de Mestrado.

Aos secretários do Departamento de Materiais Dentário e Prótese, **Fernanda Talita de Freitas, Regiane Tirado Damasceno e Wagner Del Gatto** pela dedicação ao Departamento, Professores e Pós-graduandos.

Ao **Secretário do Serviço de Pós-Graduação, Mauro Henrique Leoni Bernardo**, pela dedicação e disponibilidade de tempo dispensadas.

Ao técnico do **Laboratório Integrado de Pesquisa em Biocompatibilidade de Materiais, Edson Volta**, pela sua dedicação, manutenção, ajuda e companheirismo em nosso ambiente de trabalho.

As técnicas de laboratório, **Adriana Cláudia Lapria Faria** do Laboratório de Estudos Biomecânicos em Prótese e Implantes, **Ana Paula** Macedo do Laboratório de Metrologia, **Juliana Jendiroba Faraoni** do Laboratório de Pesquisa em Dentística e **Viviane de Cássia Oliveira** do Laboratório de Pesquisa em Reabilitação Oral, pela dedicação e ajuda.

Ao funcionário **Hermano Teixeira Machado** pelos serviços de fotografia prestados.

Aos **Alunos de Iniciação Científica**, pela oportunidade de troca de experiências que possibilitaram meu crescimento profissional.

Ao grupo de pesquisa NINPI composto por, **Ana Beatriz Vilela Teixeira, André Luís Botelho, Beatriz Danieletto Sahm, Cicero Andrade Sigilião Celles, Denise Tornavoi de Castro, João Vicente Calazans Neto, João Marcos Carvalho, Juliana Dias Corpa Tardelli, Mariana Lima da Costa Valente, Murilo Rodrigues de Campos e Simone Kreve** pela parceria diária, companheirismo e ajuda nesta trajetória.

Aos meus amigos **Airam Nicole Vivanco Estela, Alia Oka Al-Houch, Barbara Cristina Lopes da Silva, Bruno Azevedo Moreira, Camila Porto Capel, Isabelly Karina Missi de Souza, Maria Paula Oliveira Gomes, Matheus Urias Cruz Santos, Saulo Machado Piccolo, Thales Fabro Vanzela Sverzut, Thaune Carvalho Lima e Vitória Leite**

Paschoini, que sempre estiveram presentes e incentivaram a minha caminhada na pós-graduação.

A **sociedade brasileira** que contribui para a formação e manutenção das Instituições Públicas de Ensino Superior do Brasil

À **todas as pessoas** que de alguma forma contribuíram para a realização desse trabalho.

Gratidão!

EPÍGRAFE

“Grandes coisas não são feitas por impulso, mas por uma série de pequenas coisas reunidas”.

(Vicent Van Gogh)

LISTA DE FIGURAS

Figura 1.	Esquema gráfico da realização da CIM dos semicondutores frente aos microrganismos propostos no estudo.....	46
Figura 2.	Preparo das muflas para confecção dos espécimes com dimensão de Ø9 x 2 mm.....	47
Figura 3.	Preparo das muflas para confecção dos espécimes de dimensão 65 x 10 x 3,3 mm.	48
Figura 4.	Muflas posicionadas em prensa hidráulica com carga de 1000 Kgf por 60 minutos.....	49
Figura 5.	Corpos de prova Ø 9 x 2 mm. A) (TP) - esquerda para direita superior 3%, 1% e 0,5% de α -Ag ₂ WO ₄ , inferior 3%, 1% e 0,5% de β -AgVO ₃ e controle; B) (AP) - da esquerda para direita superior 3%, 1% e 0,5% de α -Ag ₂ WO ₄ , inferior 3%, 1% e 0,5% de β -AgVO ₃ e controle.....	50
Figura 6.	Corpos de prova (65 x 10 x 3,3 mm). A) (TP) - esquerda para direita- 3%, 1% e 0,5% de α -Ag ₂ WO ₄ , 3%, 1% e 0,5% de β -AgVO ₃ e controle; B) (AP) - esquerda para direita- 3%, 1% e 0,5% de α -Ag ₂ WO ₄ , 3%, 1% e 0,5% de β -AgVO ₃ e controle.....	50
Figura 7.	Fluxograma com as etapas da preparação do inóculo, desenvolvimento do biofilme em 6 fases e os meios de cultura utilizados para cada microrganismo.....	52
Figura 8.	Formação de biofilme na superfície da amostra de resina modificada com semicondutor.....	52
Figura 9.	Esquema gráfico da realização do ensaio de Unidades Formadoras de Colônias (UFC).....	53
Figura 10.	Esquema gráfico da realização do ensaio de Microscopia Confocal a Laser (MCL).....	54
Figura 11.	Esquema gráfico da realização do ensaio de Ensaio de redução de sais de tetrazólio-XTT.....	55
Figura 12.	Esquema gráfico da realização do ensaio de dureza.....	55
Figura 13.	Esquema gráfico da realização do ensaio de rugosidade superficial.....	56
Figura 14.	Esquema gráfico e equipamento utilizado para a realização do ensaio de Resistência à flexão.....	57
Figura 15.	Esquema gráfico da realização do ensaio de Resistência ao impacto.....	58
Figura 16.	Esquema gráfico do ensaio de Microscopia eletrônica de Varredura (MEV) e Microanálise de raios-X (EDS).....	59
Figura 17.	Esquema gráfico da realização do ensaio de Espectroscopia no infravermelho por	

	transformada de Fourier (FTIR).....	60
Figura 18.	Figura representativa dos resultados MCL das resinas AP e TP modificadas com β -AgVO ₃ e α -Ag ₂ WO ₄ . MCL por live/dead contra <i>P. aeruginosa</i> sendo A) controle AP, B) 3% β -AgVO ₃ AP, C) 3% α -Ag ₂ WO ₄ AP, D) controle TP, E) 3% β -AgVO ₃ TP, F) 3% α -Ag ₂ WO ₄ TP.....	69
Figura 19.	Figura representativa dos resultados de MCL das resinas AP e TP modificadas com β -AgVO ₃ e α -Ag ₂ WO ₄ . MCL por live/dead contra <i>C. albicans</i> sendo A) controle AP, B) 3% β -AgVO ₃ AP, C) 3% α -Ag ₂ WO ₄ AP, D) controle TP, E) 3% β -AgVO ₃ TP, F) 3% α -Ag ₂ WO ₄ TP.....	70
Figura 20.	Figura representativa dos resultados de MCL das resinas AP e TP modificadas com β -AgVO ₃ e α -Ag ₂ WO ₄ . MCL por live/dead contra <i>S. aureus</i> sendo A) controle AP, B) 3% β -AgVO ₃ AP, C) 3% α -Ag ₂ WO ₄ AP, D) controle TP, E) 3% β -AgVO ₃ TP, F) 3% α -Ag ₂ WO ₄ TP.....	71
Figura 21.	Figura representativa dos resultados de MCL das resinas AP e TP modificadas com β -AgVO ₃ e α -Ag ₂ WO ₄ . MCL por live/dead contra <i>S. mutans</i> A) controle AP, B) 3% β -AgVO ₃ AP, C) 3% α -Ag ₂ WO ₄ AP, D) controle TP, E) 3% β -AgVO ₃ TP, F) 3% α -Ag ₂ WO ₄ TP.....	71
Figura 22.	Imagem representativa da superfície dos espécimes de TP com controle A, B 0,5%, C 1%, e D 3% β -AgVO ₃ e E 0,5%, F 1%, e G 3% α -Ag ₂ WO ₄ com ampliação de 1000x. A presença de clusters de semicondutores, irregularidades e maior rugosidade foi observada na superfície dos grupos β -AgVO ₃	79
Figura 23.	Imagem representativa da superfície dos espécimes AP com controle A, B 0,5%, C 1%, e D 3% β -AgVO ₃ e E 0,5%, F 1%, e G 3% α -Ag ₂ WO ₄ com ampliação de 1000x. A semelhança foi observada no padrão de superfície de 0,5% e 1% em comparação com o controle. Os grupos de 3% mostram clusters de semicondutores em comparação com o controle.....	80
Figura 24.	Imagem representativa da microanálise de raios X (EDS) para cada grupo de resina TP e a wt% dos componentes.....	81
Figura 25.	Imagem representativa da microanálise de raios X (EDS) para cada grupo de resina AP e a wt% dos componentes.....	81

LISTA DE GRÁFICOS

Gráfico 1.	Gráfico representativa dos resultados CFU/mL das resinas AP e TP modificadas com β -AgVO ₃ e α -Ag ₂ WO ₄ . contra <i>P. aeruginosa</i>	65
Gráfico 2.	Gráfico representativa dos resultados CFU/mL das resinas AP e TP modificadas com β -AgVO ₃ e α -Ag ₂ WO ₄ . contra <i>S. aureus</i>	66
Gráfico 3.	Gráfico representativa dos resultados CFU/mL das resinas AP e TP modificadas com β -AgVO ₃ e α -Ag ₂ WO ₄ . contra <i>S. mutans</i>	67
Gráfico 4.	Gráfico representativa dos resultados CFU/mL das resinas AP e TP modificadas com β -AgVO ₃ e α -Ag ₂ WO ₄ . contra <i>C. albicans</i>	68
Gráfico 5.	Gráfico representativo dos resultados de XTT das resinas AP e TP modificadas com β -AgVO ₃ e α -Ag ₂ WO ₄ . contra <i>P. aeruginosa</i>	72
Gráfico 6.	Gráfico representativa dos resultados de XTT das resinas AP e TP modificadas com β -AgVO ₃ e α -Ag ₂ WO ₄ . contra <i>S. aureus</i>	73
Gráfico 7.	Gráfico representativa dos resultados de XTT das resinas AP e TP modificadas com β -AgVO ₃ e α -Ag ₂ WO ₄ . contra <i>C. albicans</i>	74
Gráfico 8.	Gráfico representativa dos resultados de XTT das resinas AP e TP modificadas com β -AgVO ₃ e α -Ag ₂ WO ₄ . contra <i>S. mutans</i>	74
Gráfico 9.	Resultados de dureza (KHN) e desvio padrão (DP) de AP e TP incorporadas com (0%, 0,5%, 1% e 3%) de β -AgVO ₃ e α -Ag ₂ WO ₄	75
Gráfico 10.	Resultados de rugosidade superficial (μ m) e desvio padrão (DP) de AP e TP incorporadas com (0%, 0,5%, 1% e 3%) de β -AgVO ₃ e α -Ag ₂ WO ₄	76
Gráfico 11.	Resultado de resistência à flexão (MPa) e desvio padrão (DP) de AP e TP incorporadas com (0%, 0,5%, 1% e 3%) de β -AgVO ₃ e α -Ag ₂ WO ₄	77
Gráfico 12.	Resultado de resistência ao impacto (J/m) e desvio padrão (DP) de AP e TP incorporadas com (0%, 0,5%, 1% e 3%) de β -AgVO ₃ e α -Ag ₂ WO ₄	78
Gráfico 13.	Gráfico FTIR das resinas modificado com β -AgVO ₃ e α -Ag ₂ WO ₄ . O gráfico corresponde ao gráfico FTIR dos grupos correspondentes à resina autopolimerizável (AP).....	83
Gráfico 14.	Gráfico FTIR das resinas modificado com β -AgVO ₃ e α -Ag ₂ WO ₄ . O gráfico (A) corresponde ao gráfico FTIR dos grupos correspondentes à resina termopolimerizável (TP).....	83

LISTA DE TABELAS

Tabela 1.	Marcas comerciais e composição das resinas acrílicas utilizadas.....	45
Tabela 2.	Proporção em massa (g) de material incorporado para confecção dos corpos de prova Ø 9 x 2mm.....	49
Tabela 3.	Proporção em massa (g) de material incorporado para confecção dos corpos de prova 65 mm x 10 mm x 3,3 mm.....	49
Tabela 4.	CIM em mg /mL do β -AgVO ₃ e α -Ag ₂ WO ₄ frente aos microrganismos avaliados.....	65

SUMÁRIO

RESUMO

ABSTRACT

1. INTRODUÇÃO	33
2. PROPOSIÇÃO	39
2.1. Objetivo geral	41
2.2. Objetivo específico	41
2.3. Hipótese Nula	41
3. MATERIAL E MÉTODO	43
3.1. MATERIAL	45
3.1.1 <i>Semicondutores</i>	45
3.1.2 <i>Resinas acrílicas</i>	45
3.2. MÉTODOS	45
3.2.1 Síntese do Vanadato de prata (β-AgVO₃) e tungstato de prata (α-Ag₂WO₄)	45
3.2.2 Determinação da Concentração Inibitória Mínima (CIM) de β-AgVO₃ e α-Ag₂WO₄	46
3.2.3 Confecção dos espécimes	47
3.2.3.1 <i>Inclusão das matrizes em Mufla Metálica</i>	47
3.2.3.2 <i>Prensagem</i>	48
3.2.3.3 <i>Desinclusão e acabamento</i>	50
3.2.4 Padronização da rugosidade	51
3.2.5 Esterilização	51
3.2.6 Avaliação da atividade antimicrobiana	51
3.2.6.1 <i>Meios de Cultura utilizados</i>	51
3.2.6.2 <i>Micro-organismos e Condição de Crescimento</i>	52
3.2.6.3 <i>Unidades Formadoras de Colônias (UFC)</i>	53
3.2.6.4 <i>Microscopia Confocal a Laser</i>	53
3.2.6.5 <i>Ensaio de redução de sais de tetrazólio- XTT</i>	54
3.2.7 Ensaios mecânicos e físicos	55
3.2.7.1 <i>Dureza superficial</i>	55
3.2.7.2 <i>Rugosidade superficial</i>	56
3.2.7.3 <i>Resistência à flexão</i>	57
3.2.7.4 <i>Resistência ao impacto</i>	58
3.2.7.5 <i>Microscopia eletrônica de Varredura (MEV) e Microanálise de raios-X (EDS)</i>	59
3.2.7.6 <i>Espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier (FTIR)</i>	60
3.2.8 Análise estatística	61
4. RESULTADOS	63
4.1 Determinação da Concentração Inibitória Mínima (CIM) de β-AgVO₃ e α-Ag₂WO₄	65
4.2 Avaliação da atividade antimicrobiana	65
4.2.1 <i>Unidades Formadoras de Colônias (UFC)</i>	65
4.2.2 <i>Microscopia Confocal a Laser</i>	69
4.2.3 <i>Ensaio de redução de sais de tetrazólio- XTT</i>	72
4.3 Ensaios mecânicos e físicos	75

<i>4.3.1 Dureza superficial</i>	75
<i>4.3.2 Rugosidade superficial</i>	76
<i>4.3.3 Resistência à flexão</i>	77
<i>4.3.4 Resistência ao impacto</i>	78
<i>4.3.5 Microscopia eletrônica de Varredura (MEV)</i>	79
<i>4.3.6 Microanálise de raios-X (EDS)</i>	80
<i>4.3.7 Espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier (FTIR)</i>	82
5. DISCUSSÃO	85
6. CONCLUSÃO	96
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	100

Resumo

FERREIRA, I. **Caracterização microestrutural de resinas acrílicas constituídas de semicondutores para promoção de atividade antimicrobiana.** 2023. 110 p. Dissertação (Mestrado em Reabilitação Oral) – Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto, Universidade de São Paulo, Ribeirão Preto, 2023.

RESUMO

A incorporação de semicondutores em resinas acrílicas pode promover atividade antimicrobiana, diminuir infecções e doenças orais, manter o desempenho físico-mecânicas para garantir longevidade ao dispositivo protético. Este estudo objetiva comparar o efeito antimicrobiano do semicondutor β -AgVO₃ em resina autopolimerizável (AP) e termopolimerizável (TP) anteriormente avaliados em diferentes concentrações com o semicondutor α -Ag₂WO₄ como uma alternativa de um novo material com potencial antimicrobiano. Para isso, foi determinada concentração inibitória mínima (CIM) de β -AgVO₃ e α -Ag₂WO₄ frente à *C. albicans*, *S. mutans*, *S. aureus* e *P. aeruginosa*. As propriedades antimicrobianas foram investigadas pelo ensaio de unidades formadoras de colônias (UFC), ensaio de redução de sais de tetrazólio-XTT e análise do biofilme por microscopia confocal a laser (MCL). As propriedades físico-mecânicas foram avaliadas por meio de ensaios de dureza, rugosidade superficial, resistência à flexão, resistência ao impacto, microscopia eletrônica de varredura (MEV), análise elementar por energia dispersiva (EDS) e Espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier (FTIR). Para análise dos dados, realizou-se análise qualitativa de CIM, MCL, MEV e EDS. Two-way ANOVA seguido de pós-teste de bonferroni com ($P > 0.05$) para UFC, One-way ANOVA seguido de pós-teste de Tukey com ($P < 0.05$) para resistência a flexão, rugosidade, dureza e resistência ao impacto e Kruskal-Wallis e pós teste de Dunn ($P > 0,05$) para o XTT. O α -Ag₂WO₄ apresentou melhor CIM em mg/mL frente à *C. albicans*, *S. aureus* e *S. mutans* comparado ao β -AgVO₃. A adição de α -Ag₂WO₄ não obteve eficácia antimicrobiana e a concentração de 3% de β -AgVO₃ foi eficaz para redução de *C. albicans*, *S. mutans* e *P. aeruginosa*. Para a dureza, a resina AP não apresentou alteração significativa com a incorporação dos semicondutores e foi reduzida no grupo 1% α -Ag₂WO₄ TP. O aumento da rugosidade na AP foi proporcional a adição de ambos os semicondutores e para a TP apenas os grupos 3% apresentaram aumento. A adição de 3% de ambos os semicondutores reduziu a resistência à flexão da resina TP. A resistência ao impacto foi reduzida em todos os grupos com incorporação na resina TP. No MEV observou-se a presença de poros e irregularidades e no EDS os componentes químicos dos semicondutores adicionados. O espectro de FTIR não foi alterado com a incorporação nas resinas AP e TP. Pode-se inferir que β -AgVO₃ e α -Ag₂WO₄ apresentaram CIM bactericida e fungicida, a incorporação de 3% β -AgVO₃ promoveu atividade antimicrobiana e ambos os semicondutores alteraram as propriedades físico-mecânicas.

Palavras-Chave: Semicondutores, Resina Acrílica, Vanadato de Prata, Tungstato de Prata, Atividade Antimicrobiana, Resistência à Flexão, Resistência ao Impacto, Dureza, Rugosidade, FTIR, MEV, EDS.

Abstract

FERREIRA, I. **Microstructural characterization of acrylic resins composed of semiconductors to promote antimicrobial activity**. 2023. 110 f. Dissertation (Master's Degree in Oral Rehabilitation). School of Dentistry of Ribeirão Preto, University of São Paulo (USP), 2023.

ABSTRACT

The incorporation of semiconductors in acrylic resins can promote antimicrobial activity, reduce infections and oral diseases, maintain physical-mechanical performance to ensure longevity of the prosthetic device. This study aims to compare the antimicrobial effect of the semiconductor β -AgVO₃ in self-cured (AP) and heat-cured (TP) resin previously evaluated at different concentrations with the semiconductor α -Ag₂WO₄ as an alternative of a new material with antimicrobial potential. For this, the minimum inhibitory concentration (MIC) of β -AgVO₃ and α -Ag₂WO₄ was determined against *C. albicans*, *S. mutans*, *S. aureus*, and *P. aeruginosa*. Antimicrobial properties were investigated by Tetrazolium Salt Reduction Test-XTT, colony forming units (CFU), and biofilm analysis by laser confocal microscopy (LCM). The physical-mechanical properties were evaluated by testing hardness, surface roughness, flexural strength, impact strength, scanning electron microscopy (SEM), energy dispersive elemental analysis (EDS) and Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR). For data analysis, qualitative analysis of CIM, LCM, SEM and EDS were performed. Two-way ANOVA followed by Bonferroni post-test with ($P > 0.05$) for CFU, One-way ANOVA followed by Tukey's post-test with ($P < 0.05$) for flexural strength, roughness, hardness, and impact strength, and Kruskal-Wallis and Dunn's post-test ($P > 0.05$) for XTT. The α -Ag₂WO₄ showed better MIC in mg/mL against *C. albicans*, *S. aureus*, and *S. mutans* compared to β -AgVO₃. The addition of α -Ag₂WO₄ did not obtain antimicrobial efficacy and the 3% concentration of β -AgVO₃ was effective for the reduction of *C. albicans*, *S. mutans*, and *P. aeruginosa*. For hardness, AP resin showed no significant change with the incorporation of the semiconductors and was reduced in the 1% α -Ag₂WO₄ TP group. The increase in roughness in AP was proportional to the addition of both semiconductors and for TP only the 3% groups showed an increase. The addition of 3% of both semiconductors reduced the flexural strength of the TP resin. The impact strength was reduced in all groups with the incorporation of the TP resin. In SEM the presence of pores and irregularities was observed and in EDS the chemical components of the added semiconductors. The FTIR spectrum was not altered with the incorporation of AP and TP resins. It can be inferred that β -AgVO₃ and α -Ag₂WO₄ presented bactericidal and fungicidal MIC, the incorporation of 3% β -AgVO₃ promoted antimicrobial activity, and both semiconductors altered the physical-mechanical properties.

Keywords: Semiconductors. Acrylic Resin. Silver Vanadate. Silver Tungstate. Antimicrobial Activity. Flexural Strength. Impact Strength. Hardness. Roughness. FTIR. SEM. EDS..

1. Introdução

1. INTRODUÇÃO

A população idosa brasileira cresce cerca de 3% anualmente (SZWARCOWALD et al., 2022) e por isso o desenvolvimento de políticas públicas de saúde são requeridos para dar suporte a esta demanda que apresenta maior fragilidade (LEE; SABBAH, 2018; PANTEA et al., 2020, SZWARCOWALD et al., 2022). Com o avanço da idade, a cavidade oral apresenta alterações quanto às suas funções de mastigação, deglutição, articulação, fala, respiração, salivação, paladar, que podem afetar a saúde sistêmica e oral. Estas alterações estão relacionadas ao enfraquecimento músculo-esquelético, pobre higienização e perda dos dentes naturais (LEE; SABBAH, 2018; WATANABE et al., 2020).

A redução do número de dentes acarreta em dificuldades de fala, estética insatisfatória, redução da dimensão vertical de oclusão (DVO), mastigação inadequada que podem levar a deficiência de nutrientes importantes para a manutenção da saúde geral e longevidade (LEE; SABBAH, 2018; WATANABE et al., 2020). Para reduzir estes efeitos, o uso de dispositivos protéticos orais melhora a função mastigatória, a fonética e estética, aumentam a autoestima e autoconfiança, o que pode encorajar os usuários a manter uma vida social e física ativa (PANTEA et al., 2020; WATANABE et al., 2020).

As próteses dentárias são confeccionadas de resinas acrílicas ou polimetilmetacrilato (PMMA), pois apresentam estética satisfatória, baixa densidade, facilidade de manipulação, precisão de ajustes, bom custo benefício, propriedades mecânicas compatíveis ao meio bucal, boa durabilidade (GAD et al., 2019; OZKIR et al., 2018; SIVAKUMAR et al., 2014; ZAFAR et al., 2020). Estes dispositivos protéticos devem resistir às forças mastigatórias dinâmicas, hábitos prejudiciais, diferentes alimentos, ser estável, biocompatível e econômico (AN et al., 2021; BAJUNAID et al., 2022; BANGERA et al., 2021; ZAFAR et al., 2020).

A rugosidade, porosidade superficial, hidrofobicidade inerentes da resina acrílica favorecem o acúmulo de microrganismos (FIGUERÔA et al., 2018; GARCIA et al., 2022) que podem se manifestar em doenças bucais, como a estomatite protética, candidíase (AN et al., 2021; BAJUNAID et al., 2021; BAJUNAID et al., 2022; BANGERA et al., 2021; CAO et al., 2020; GAD; FOU DA, 2020; GARCIA et al., 2022; TAKAMYIA et al., 2021) e progredir para doenças sistêmicas como endocardite bacteriana, pneumonia aspirativa e infecções generalizadas do trato respiratório (DE CASTRO et al., 2018; TAKAMYIA et al., 2021), principalmente em pessoas idosas dependentes, o que caracteriza um importante problema de saúde (CASTRO et al., 2014; DE CASTRO et al., 2018; SIVAKUMAR et al., 2014).

A estomatite protética afeta cerca de 72% dos usuários de próteses dentárias removíveis de resina acrílica, devido ao inadequado ajuste da prótese, reações alérgicas, redução do fluxo salivar, rugosidade e porosidade da resina (BAJUNAID et al., 2021; BANGERA et al., 2021; GAD; FOU DA, 2020). Para reduzir a quantidade de microrganismos na superfície das resinas acrílicas, foram desenvolvidas modificações antimicrobianas do material com incorporação de agentes antimicrobianos (CASTRO et al., 2014; ZHANG, 2016). A inclusão de semicondutores, que são materiais que doam ou recebem elétrons com excelente condução eletrônica e atividade fotocatalítica (AZPIROZ et al., 2012; FAN et al., 2017; KREVE et al., 2022), em materiais odontológicos é uma estratégia eficaz para reduzir a adesão microbiana e a formação de biofilme (AN et al., 2021; BAJUNAID et al., 2021; BAJUNAID et al., 2022; BANGERA et al., 2021; CAO et al., 2020; CASTRO et al., 2016 A; CASTRO et al., 2016 B; GAD; FOU DA, 2020; KREVE et al., 2022; TEIXEIRA et al., 2020; UEHARA et al., 2022).

Adicionar nanopartículas metálicas, como a prata (AgNPs), à matriz semicondutora, permite a retenção de elétrons, melhor atividade fotocatalítica e ação antimicrobiana, pela capacidade das AgNPs produzirem espécies reativas de oxigênio (ERO) que rompem a membrana celular bacteriana (FAN et al., 2017; KREVE et al., 2022). O tamanho nanométrico das AgNPs (1-100nm) (BAPAT et al., 2018; CAO et al., 2020; TALAPKO et al., 2020; YIN et al., 2020) favorece a ação antimicrobiana contra bactérias, fungos e vírus em pequenas concentrações, devido ao maior contato e melhor liberação dos íons Ag⁺ (BAPAT et al., 2018; TALAPKO et al., 2020; WANG et al., 2022; YIN et al., 2020), que interagem com os grupos tiol das enzimas envolvidas no metabolismo bacteriano, e causam a interrupção da produção de ATP, impedem a replicação do DNA, formam ERO e destroem a integridade da membrana celular, que causa a morte microbiana (BAPAT et al., 2018; CAMPOS; BOTELHO; REIS, 2021; CASTRO et al., 2016 A; TALAPKO et al., 2020; WANG et al., 2022; YIN et al., 2020). As AgNPs tendem a se aglomerar devido à presença de forças atrativas Van Der Waals e atração eletrostática entre partículas com cargas elétricas opostas, isso reduz o potencial antimicrobiano por diminuir a área de contato das partículas com os microrganismos (CAMPOS; BOTELHO; REIS, 2021; CASTRO et al., 2016 B; FURTADO et al., 2016; HOLTZ et al., 2010; HOLTZ et al., 2012).

O semicondutor nanoestruturado de vanadato de prata decorado com nanopartículas de prata (β -AgVO₃) foi desenvolvido para solucionar os desafios relacionados à estabilização e à aglomeração das AgNPs que foram depositadas sobre os nanofios de vanádio. Essa abordagem permitiu manter maior área de contato com a superfície e promover a liberação

contínua dos íons de prata (Ag^+) (HOLTZ et al., 2010; HOLTZ et al., 2012). A sinergia entre as AgNPs e o vanádio (V^{5+}) favorece o aumento da atividade antimicrobiana por meio da alteração da integridade da membrana celular por estresse oxidativo e formação ERO (CAMPOS; BOTELHO; REIS, 2021; CASTRO et al., 2016 A; CASTRO et al., 2016 B).

$\beta\text{-AgVO}_3$, na odontologia, teve sua eficácia avaliada pela incorporação à resinas acrílicas (CASTRO et al., 2016 A; CASTRO et al., 2016 B; CASTRO et al., 2021; DE CASTRO et al., 2018), cerâmicas odontológicas (FERREIRA et al., 2020; UEHARA et al., 2022; VIDAL et al., 2021), cimentos resinosos (KREVE et al., 2022), reembasadores protéticos (KREVE et al., 2019), cimentos endodônticos (TEIXEIRA et al., 2018; TEIXEIRA et al., 2020; VILELA TEIXEIRA et al., 2019), revestimento para tratamentos de superfície (OLISCOVICZ et al., 2018), hidrocolóide irreversível (CASTRO et al., 2019) e apresentou eficácia antimicrobiana frente aos microrganismos presentes na cavidade oral como *Streptococcus mutans*, *Staphylococcus aureus*, *Candida albicans*, mas considerações devem ser apontadas em termos de propriedades físico-químicas e mecânicas (CAMPOS; BOTELHO; REIS, 2021).

O semicondutor tungstato de prata ($\alpha\text{-Ag}_2\text{WO}_4$) exhibe propriedades catalíticas, ópticas e antimicrobianas intimamente relacionadas à sua morfologia, que é composta por estrutura ortorrômbica termodinamicamente estável, na forma de bastões alongados (ALVAREZ-ROCA et al., 2021; CAVALCANTE et al., 2012; CHÁVEZ et al., 2018; LONGO et al., 2014). A eficácia antimicrobiana do $\alpha\text{-Ag}_2\text{WO}_4$ é atribuída ao contato com os microrganismos e à presença de íons Ag^+ , os quais promovem a formação de ERO e radicais livres, como hidroxila (OH^\cdot) e superóxidos (O_2^\cdot) (ALVAREZ-ROCA et al., 2021; ASSIS et al., 2018; ASSIS et al., 2020; CAVALCANTE et al., 2012; CHÁVEZ et al., 2018; LONGO et al., 2014; NOBRE et al., 2019; PIMENTEL et al., 2022). Essas propriedades foram exploradas na inibição de *Candida albicans*, *Escherichia coli* e *Staphylococcus aureus*, porém não quando incorporados à materiais poliméricos odontológicos (ALVAREZ-ROCA et al., 2021; CHÁVEZ et al., 2018; LONGO et al., 2014; NOBRE et al., 2019; PIMENTEL et al., 2022).

A adição de semicondutores antimicrobianos à matriz polimérica pode promover eficácia antimicrobiana sem prejudicar as propriedades físicas-químicas e mecânicas da resina. Portanto, estudos (AN et al., 2021; BAJUNAID et al., 2021; BAJUNAID et al., 2022; BANGERA et al., 2021; CAO et al., 2020; GAD; FOU DA, 2020) são conduzidos para investigar a porcentagem ideal que promova ação antimicrobiana mantendo as propriedades

inertes do material, para que proporcione uma prótese resistente, resiliente e funcional com maior longevidade (BAJUNAID et al., 2022).

Com vistas a aplicação do β -AgVO₃ em resinas acrílicas com resultados promissores relativos a eficácia antimicrobiana e pouca alteração no desempenho mecânico (CASTRO et al., 2016 A; CASTRO et al., 2016 B; CASTRO et al., 2021; DE CASTRO et al., 2018) e o ineditismo da adição do α -Ag₂WO₄ em materiais poliméricos odontológicos, associados a necessidade de materiais com capacidade de reduzir a formação de biofilme e promover saúde aos usuários de dispositivos protéticos odontológicos, este estudo tem como objetivo comparar o efeito antimicrobiano do semicondutor β -AgVO₃ em resinas acrílicas autopolimerizáveis (AP) e termopolimerizáveis (TP) anteriormente avaliados em diferentes concentrações com o semicondutor α -Ag₂WO₄ como uma alternativa de um novo material com potencial antimicrobiano.

2. Proposição

2. PROPOSIÇÃO

2.1 Objetivo Geral

Incorporar o vanadato de prata (β -AgVO₃) e o tungstato de prata (α -Ag₂WO₄) nas resinas acrílicas autopolimerizável (AP) e termopolimerizável (TP), como potenciais agentes antimicrobianos nas concentrações de 0%, 0,5%, 1% e 3%.

2.2 Objetivos Específicos

- Concentração inibitória mínima de β -AgVO₃ e α -Ag₂WO₄ frente aos microrganismos *Pseudomonas aeruginosa*, *Staphylococcus aureus*, *Streptococcus mutans*, *Candida albicans*;
- Efetividade antimicrobiana das resinas AP e TP com diferentes porcentagens dos semicondutores contra os microrganismos propostos pelos ensaios de:
 - Contagem de unidades formadoras de colônias (UFC)
 - Ensaio de redução de sais de tetrazólio (XTT)
 - Microscopia confocal a laser (MCL)
- Microestrutura e propriedades físico-mecânicas das resinas acrílicas incorporadas com os semicondutores, avaliando-se:
 - Microscopia eletrônica de varredura (MEV)
 - Microanálise de raios-X (EDS)
 - Espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier (FTIR)
 - Microdureza
 - Resistência à flexão
 - Rugosidade
 - Resistência ao impacto

2.3 Hipótese Nula

Testa-se neste estudo a hipótese nula de que diferentes concentrações dos semicondutores incorporados às resinas acrílicas AP e TP não promovem efeito antimicrobiano e não alteram a microestrutura e as propriedades físico-mecânicas.

3. Material e Método

3. MATERIAL E MÉTODO

3.1 MATERIAL

3.1.1 Semicondutores

Os semicondutores β -AgVO₃ e α -Ag₂WO₄ foram produzidos e caracterizados no Centro de Desenvolvimento de Materiais Funcionais (CDMF) UFSCAR- São Carlos-SP.

3.1.2 Resinas acrílicas

Para o estudo, foram selecionadas duas marcas comerciais de resinas acrílicas odontológicas, especificadas na Tabela 1.

Tabela 1. Marcas comerciais e composição das resinas acrílicas utilizadas.

Resina acrílica (Fabricante)	Classificação	Pó	Líquido
Dencôr Lay (Clássico®, Art. Clássico, São Paulo, SP)	Autopolimerizável (AP)	Polimetilmetacrilato Peróxido de Benzoíla Pigmentos Biocompatíveis	Monômero de Metacrilato Inibidor de polimerização DMT
Clássico (Clássico®, Art. Clássico, São Paulo, SP)	Termopolimerizável (TP)	Copolímero Metil Etil Metacrilato DPB Pigmentos	Monômero de Metacrilato Topanol

3.2 MÉTODO

3.2.1 Síntese do Vanadato de prata (β -AgVO₃) e tungstato de prata (α -Ag₂WO₄)

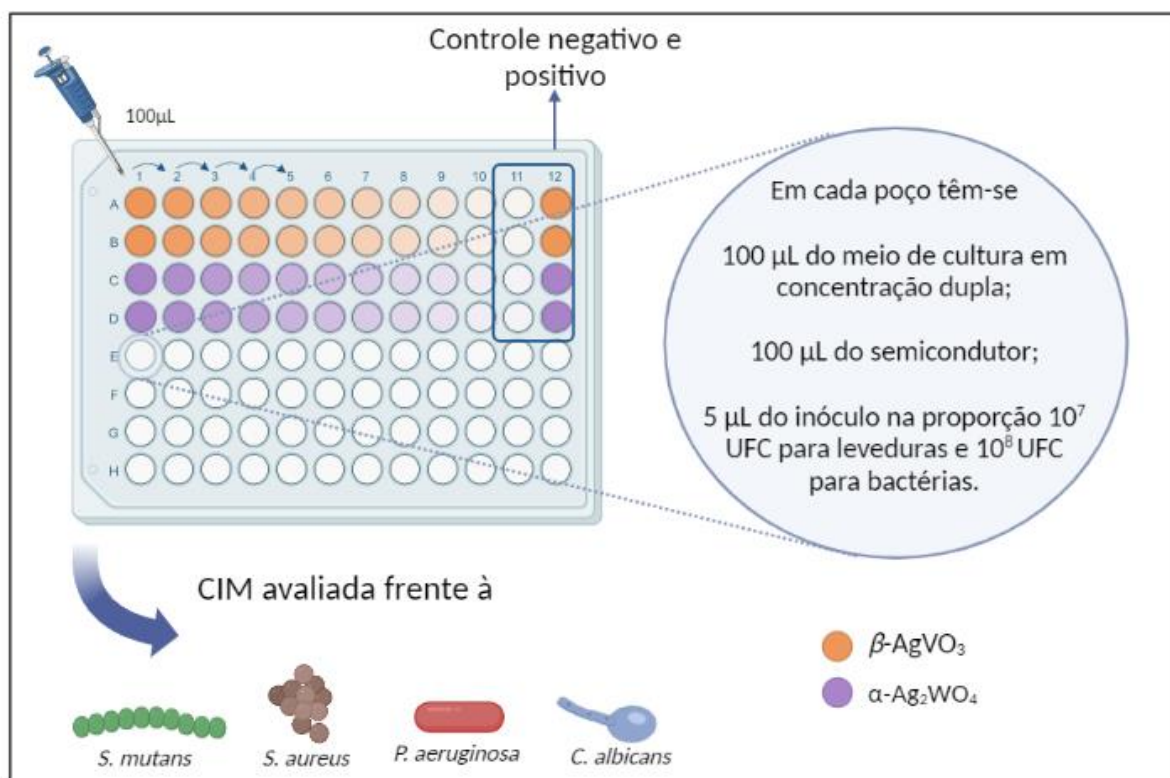
A síntese de ambos os semicondutores foi realizada pelo método de coprecipitação em um meio aquoso. Para o β -AgVO₃, 1×10^{-3} mol de nitrato de prata (AgNO₃) (Cennabras, 99,8%) e 1×10^{-3} mol de vanadato de amônio (NH₄VO₃) (Aldrich, 99,9%) foram dissolvidos em dois béqueres contendo 50 mL de água destilada. As soluções foram aquecidas a 70 °C e, após a dissolução completa, a solução de AgNO₃ foi despejada na solução de NH₄VO₃, resultando em um precipitado laranja. Esse sistema foi continuamente agitado por 10 minutos,

centrifugado, lavado com água destilada até $\text{pH} = 7$ e seco em um forno a $60\text{ }^\circ\text{C}$ por 12 horas. Para a síntese de $\alpha\text{-Ag}_2\text{WO}_4$, o mesmo procedimento foi usado, mas com 2×10^{-3} mol de AgNO_3 e 1×10^{-3} mol de Tungstato dihidrato de sódio ($\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) (Aldrich, 99,9%).

3.2.2 Determinação da Concentração Inibitória Mínima (CIM) de $\beta\text{-AgVO}_3$ e $\alpha\text{-Ag}_2\text{WO}_4$

Inicialmente foi determinada a concentração inibitória mínima (CIM) do $\beta\text{-AgVO}_3$ e $\alpha\text{-Ag}_2\text{WO}_4$ frente à *Candida albicans* (ATCC10231), *Streptococcus mutans* (ATCC 25175), *Staphylococcus aureus* (ATCC 25923) e *Pseudomonas aeruginosa* (ATCC 27853) pelo método das diluições sucessivas em placas de cultura celular com 96 poços e em duplicata. Adicionou-se em cada poço 100 μL do meio de cultura em concentração dupla e 100 μL do nanomaterial (30 mg dos nanomateriais diluídos em 1 mL de água destilada), 5 μL do inóculo na proporção 10^7 UFC para leveduras e 10^8 UFC para bactérias. Foram realizadas diluições sucessivas com 100 μL . O controle positivo: 50 μL meio de cultura + 50 μL de PBS + 10 μL inóculo diluído. Controle negativo: 50 μL meio de cultura + 50 μL do semiconductor. Resultados analisados com base na turvação do meio, identificado a olho nu. A presença de turvação correspondeu à ação antimicrobiana ineficaz (Figura 1). A semeadura em placas de Petri com meio de cultura específico foi realizada para confirmar os achados à olho nu.

Figura 1. Esquema gráfico da realização da CIM dos semicondutores frente aos microrganismos propostos no estudo.



Fonte: Autoria própria realizada pelo bioRender, 2023.

Sabe-se que a CIM do material puro difere de quando este é adicionado na estrutura de outro material. Assim, realizou-se esta análise para comprovar a eficácia antimicrobiana dos semicondutores frente aos microrganismos propostos. A efetividade antimicrobiana das resinas modificadas foi avaliada pelos ensaios de redução de sais de tetrazólio (XTT), contagem de unidades formadoras de colônias (UFC) e microscopia confocal a laser (MCL) após formação do biofilme.

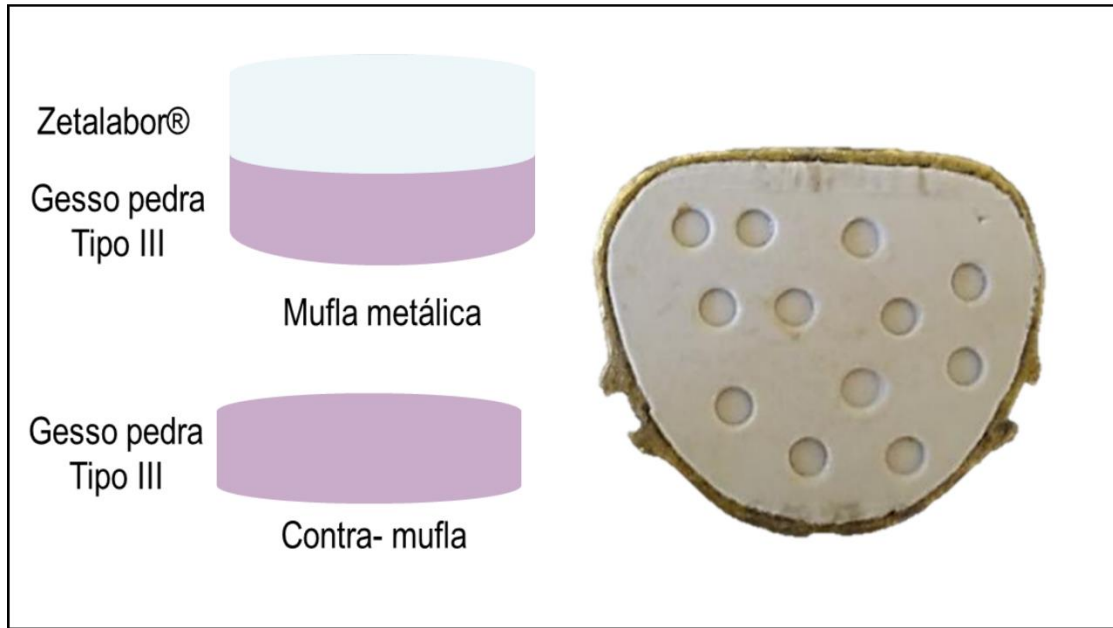
3.2.3 Confeção dos Espécimes

Os espécimes utilizados para análise dureza, rugosidade superficial, MEV, EDS, FTIR, foram confeccionados nas dimensões de $\varnothing 9 \times 2$ mm, para os ensaios microbiológicos com 6 mm x 10 mm x 3,3 mm e para resistência à flexão e resistência ao impacto 65 mm x 10 mm x 3,3 mm.

3.2.3.1. Inclusão das Matrizes em Mufla Metálica

As amostras foram preparadas por meio da inclusão de matrizes metálicas em mufla convencional (OGP, Produtos Odontológicos Ltda., São Paulo, SP, Brasil). Para isso, uma camada de gesso pedra Tipo III (Gesso Rio, Orlando Antônio Bussioli ME, Rio Claro, SP, Brasil), espatulado mecanicamente na proporção de 30 mL de água para cada 100 g de pó, foi inserida na mufla. Após o tempo de presa do gesso, preencheu-se a mufla com silicone de condensação densa Zetalabor® (Zhermarck, Labordental Ltda., São Paulo, SP, Brasil) e as matrizes envolvidas, exceto em uma das faces planas, e niveladas com uma lâmina de vidro. A seguir a contra- mufla foi posicionada e a inclusão finalizada com gesso tipo pedra III (Figura 2).

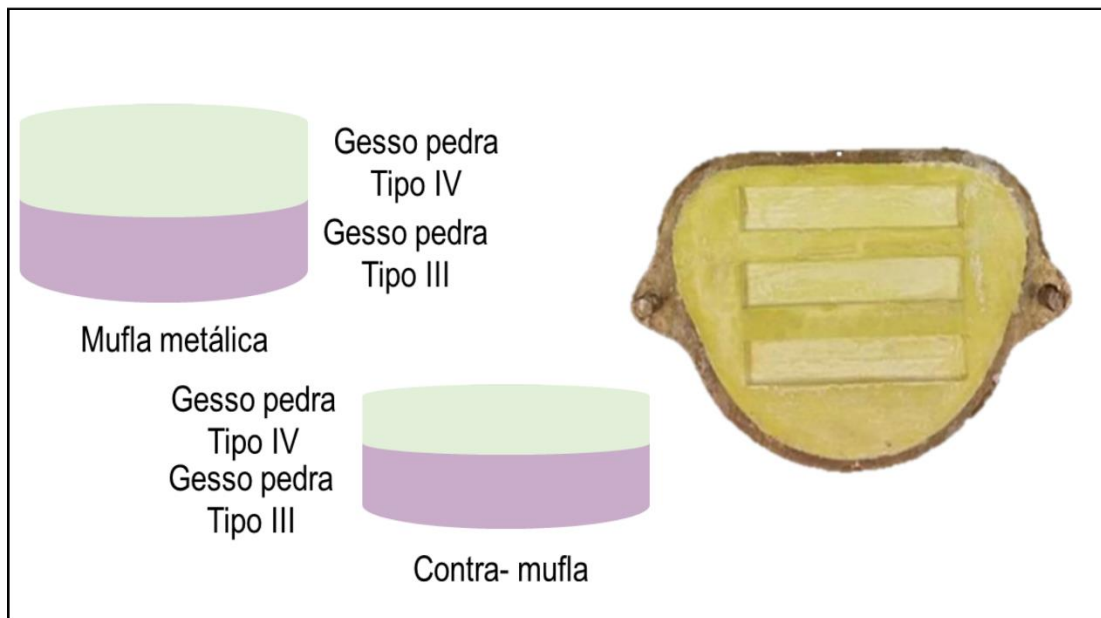
Figura 2. Preparo das muflas para confecção dos espécimes com dimensão de $\varnothing 9 \times 2$ mm.



Fonte: Autoria própria, 2023.

Para a confecção das amostras para os ensaios de resistência à flexão e ao impacto, as matrizes foram incluídas diretamente em gesso pedra Tipo IV (Figura 3) (Gesso Rio, Orlando Antônio Bussioli ME, Rio Claro, SP, Brasil), para evitar distorções.

Figura 3. Preparo das muflas para confecção dos espécimes de dimensão 65 x 10 x 3,3 mm.



Fonte: Autoria própria, 2023.

3.2.3.2. Prensagem

Para a incorporação, calculou-se a quantidade de $\alpha\text{-Ag}_2\text{WO}_4$ e $\beta\text{-AgVO}_3$ (0% (controle), 0,5%, 1% e 3%) em proporção à massa de pó da resina acrílica autopolimerizável (AP) e termopolimerizável (TP), de acordo com o fabricante, (Tabelas 2 e 3). O material foi adicionado ao pó da resina e homogeneizado. A manipulação foi realizada de acordo com a prática clínica após a adição do monômero.

Tabela 2. Proporção em massa (g) de material incorporado para confecção dos corpos de prova Ø 9 x 2mm.

Grupos	Pó da resina (g)	Pó do material (g)	Líquido (mL)
Controle	7	-	3,23
0,5%	6,965	0,035	3,23
1%	6,93	0,070	3,23
3%	6,790	0,210	3,23

Tabela 3. Proporção em massa (g) de material incorporado para confecção dos corpos de prova 65 mm x 10 mm x 3,3 mm.

Grupos	Pó da resina (g)	Pó do material (g)	Líquido (mL)
Controle	16	-	7,5 – 7,0*
0,5%	15,92	0,08	7,5 – 7,0*
1%	15,84	0,16	7,5 – 7,0*
3%	15,520	0,48	7,5 – 7,0*

* 7,0 mL corresponde à resina TP e 7,5mL à AP.

Durante a fase plástica, a resina foi acomodada nos moldes preparados e colocada em prensas hidráulicas com carga 1000 Kgf por 60 minutos, (Figura 4). Desprendido este período, a resina AT foi polimerizada por banho d'água por meio da termopolimerizadora automática Termociler 100 (Oficina de precisão, Campus de Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo, Ribeirão Preto, São Paulo, Brasil) à 65 °C por 1 hora, seguido por estágio a 100 °C por 30 minutos.

Figura 4. Muflas posicionadas em prensa hidráulica com carga de 1000 Kgf por 60 minutos.

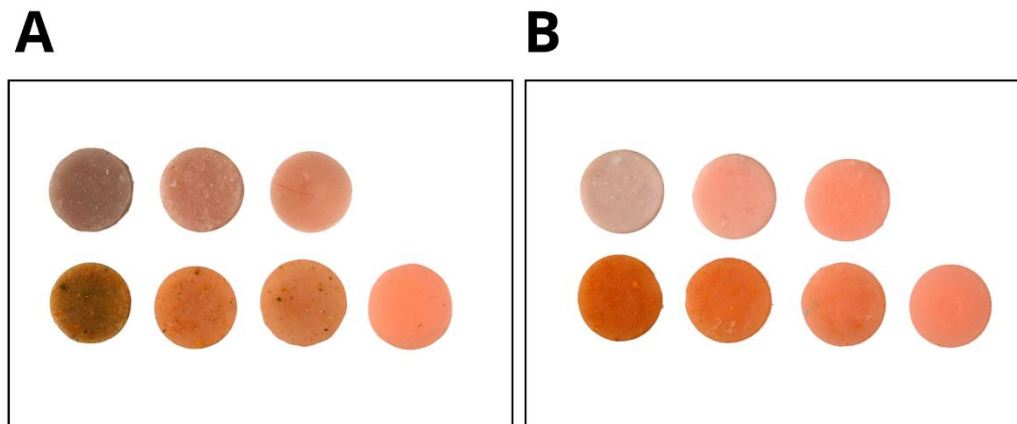


Fonte: Autoria própria, 2022.

3.2.3.3. Desinclusão e Acabamento

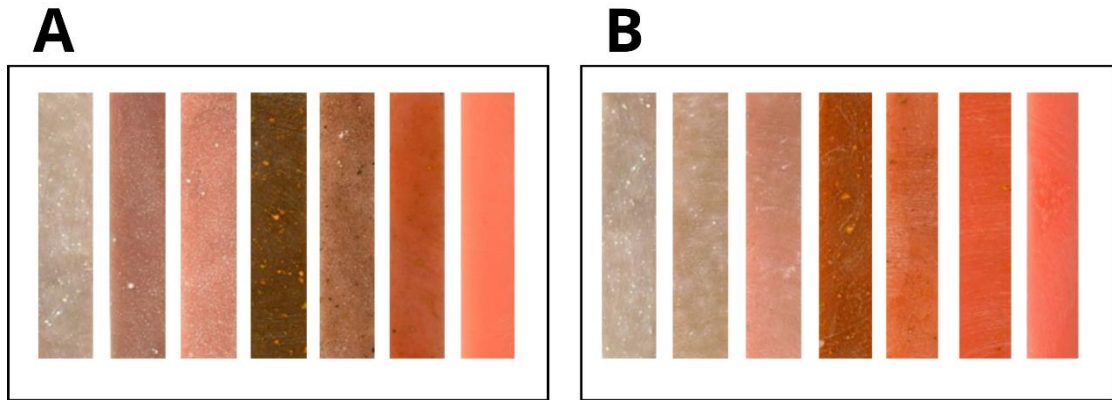
Após a desinclusão, foram removidos os excessos de material nos espécimes com fresa (Maxi-cut, Malleifer AS, Ballaiguer, Swetzerland) e lixados com lixa d'agua Norton 300, 400, 600 e 1200. As dimensões foram confirmadas com auxílio de um paquímetro digital (Mitutoyo®, Japão) (Figura 5 e 6).

Figura 5. Corpos de prova $\varnothing 9 \times 2$ mm. **A**) (TP) - esquerda para direita superior 3%, 1% e 0,5% de α - Ag_2WO_4 , inferior 3%, 1% e 0,5% de β - AgVO_3 e controle; **B**) (AP) - da esquerda para direita superior 3%, 1% e 0,5% de α - Ag_2WO_4 , inferior 3%, 1% e 0,5% de β - AgVO_3 e controle.



Fonte: Autoria própria e imagem por Hermano Teixeira Machado, 2022.

Figura 6. Corpos de prova (65 x 10 x 3,3 mm). **A**) (TP) - esquerda para direita- 3%, 1% e 0,5% de α - Ag_2WO_4 , 3%, 1% e 0,5% de β - AgVO_3 e controle; **B**) (AP) - esquerda para direita- 3%, 1% e 0,5% de α - Ag_2WO_4 , 3%, 1% e 0,5% de β - AgVO_3 e controle.



Fonte: Autoria própria e imagem por Hermano Teixeira Machado, 2022.

3.2.4 Padronização da Rugosidade

A rugosidade foi padronizada para que a superfície do material apresente interferência na adesão microbiana. As amostras dos ensaios microbiológicos deste estudo foram padronizadas em 0,2 μm , limiar favorável, a partir do polimento com lixas d'água 1200 e conferidas no Rugosímetro (Surftest SJ-201P, Mitutoyo Corporation, Japan).

3.2.5 Esterilização

Os espécimes para os ensaios microbiológicos foram esterilizados por plasma de peróxido de hidrogênio (STERRAD) na Multilav – Esterilização de Materiais - Ribeirão Preto- SP.

3.2.6 Avaliação da atividade antimicrobiana

3.2.6.1 Meios de Cultura Utilizados

No preparo do inóculo e contaminação das amostras, utilizou-se o Tryptic Soy Broth (TSB) para *P. aeruginosa*, o Sabouraud Dextrose Broth (SDB) para *C. albicans*, o Brain Heart Infusion Broth (BHI). Para cada 30 g do meio de cultura TSB e SDB e 37 g de BHI desidratado, foram adicionados 1000 mL de água destilada e esterilizados em autoclave a 121 °C por 15 minutos, de acordo com as instruções dos fabricantes. O Brain Heart Infusion Broth (BHI) - suplementado com sacarose foi utilizado para a *S. mutans* e cada 37 g do meio de cultura desidratado adicionou-se 5 g de extrato de levedura, 10 g de glicose, 20 g de sacarose e 1000 mL de água destilada, esterilizados em autoclave a 121 °C por 15 minutos, de acordo com o fabricante.

Para a semeadura da solução obtida das amostras contaminadas, utilizou-se o Tryptic Soy Agar (TSA) para *P. aeruginosa* e o Sabouraud Dextrose Agar (SDA) para *C. albicans*, o

Brain Heart Infusion Broth (BHI) – Agar para *S. aureus* e *S. mutans*. Para cada 30 g do meio de cultura TSA e SDA e 37 g de BHI desidratado foram adicionados 15 g de ágar bacteriológico e 1000 mL de água destilada e esterilizados em autoclave a 121 °C por 15 minutos, de acordo com o fabricante.

3.2.6.2 Micro-organismos e Condição de Crescimento

As etapas de preparo do inóculo e desenvolvimento do biofilme estão dispostos no (Figura 7), para UFC e XTT utilizou-se n= 8 e para MCL n=2. A (Figura 8) mostra a formação do biofilme sobre o espécime de resina modificada.

Figura 7. Fluxograma com as etapas da preparação do inóculo, desenvolvimento do biofilme em 6 fases e os meios de cultura utilizados para cada microrganismo.

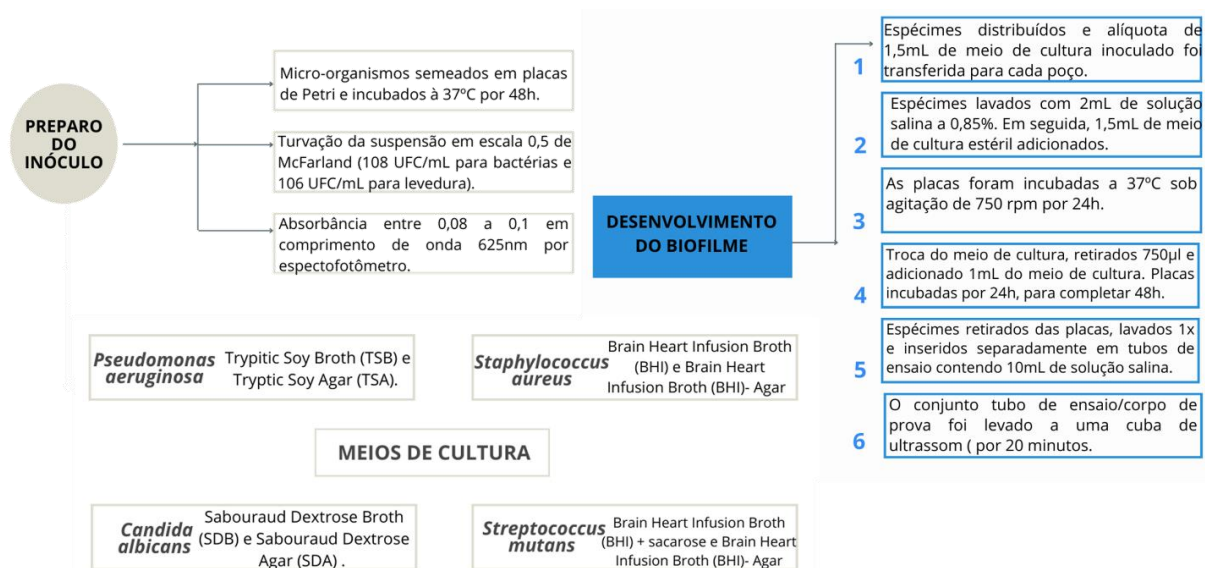
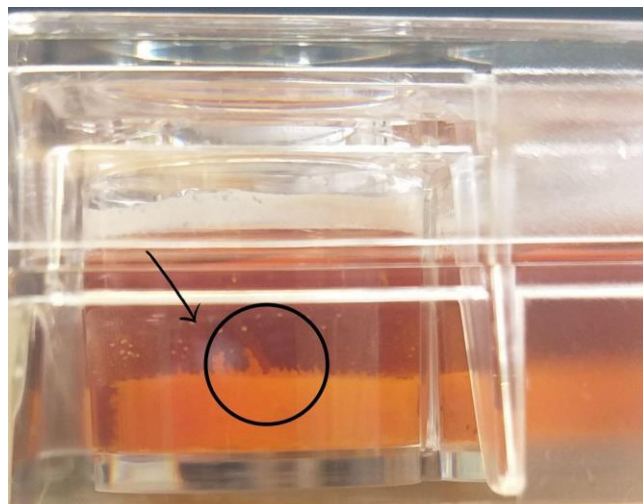


Figura 8. Formação de biofilme na superfície da amostra de resina modificada com semicondutor.



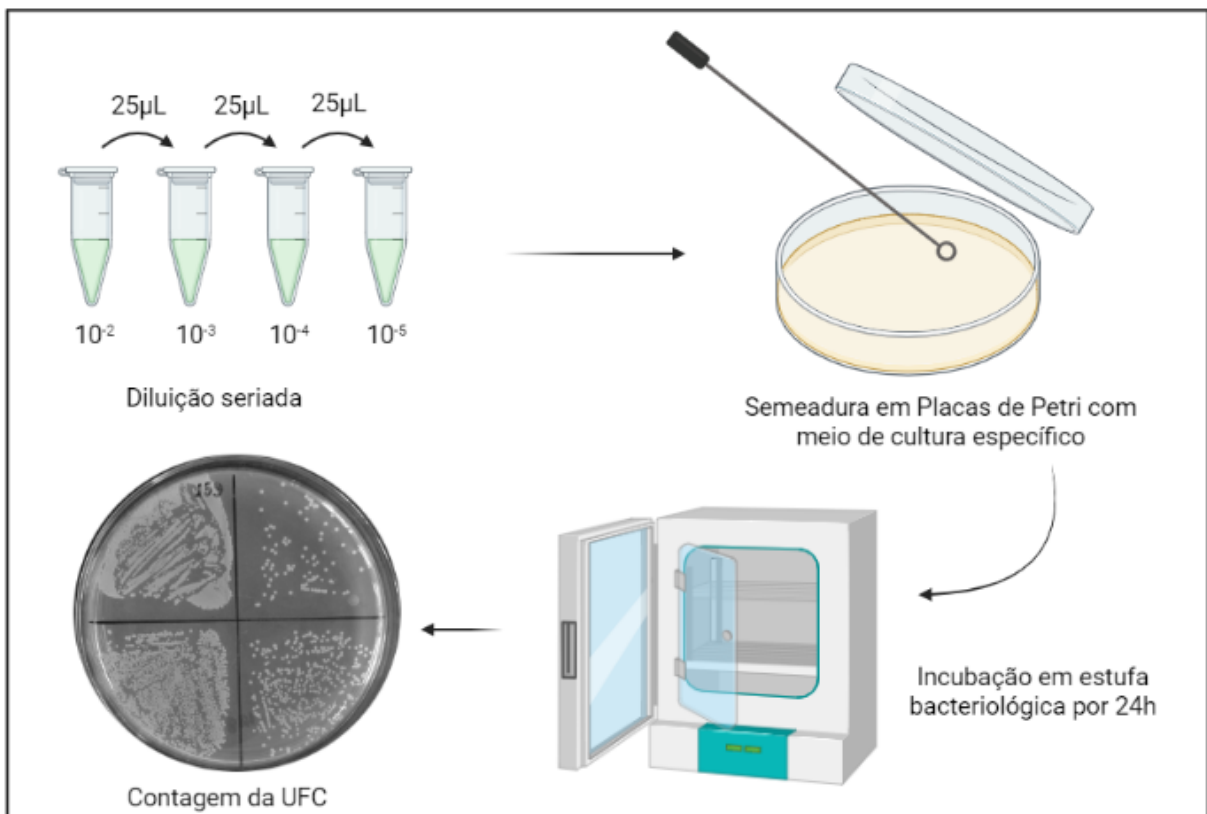
Fonte: Autoria própria, 2022.

3.2.6.3 Unidades Formadoras de Colônias (UFC)

O número de células foi quantificado em unidades formadoras de colônias por mililitro (UFC/mL). Para semeadura, diluiu-se diluída de forma seriada a solução de cada microrganismo, sendo 25 μL da solução sem diluição e posteriormente, 25 μL transferido para microtubo contendo 250 μL de PBS, obteve-se diluições de 10^{-2} a 10^{-5} . As placas semeadas foram incubadas à 37 °C por 24 horas em estufa bacteriológica e com o *S. mutans* em microaerofilia.

Após 24 horas, foi realizada a contagem e registro do número de UFC, considerando a diluição em que o número de UFC variou entre 30 a 300 colônias e foi utilizada a seguinte fórmula: $\text{UFC}/10 \text{ mL} = (\text{número de colônias} \times 10n/q) \times 10$, n = diluição e $q=0,025$ (Figura 9).

Figura 9. Esquema gráfico da realização do ensaio de Unidades Formadoras de Colônias (UFC).



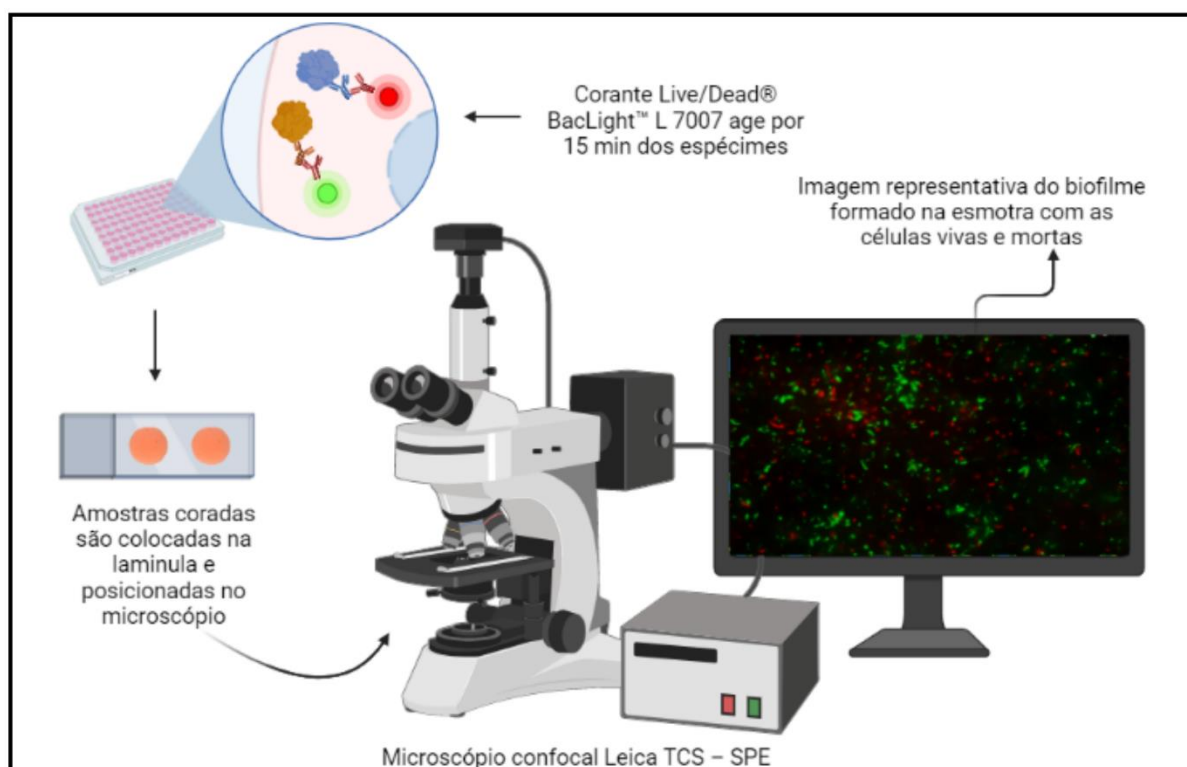
Fonte: Autoria própria realizada pelo bioRender, 2023.

3.2.6.4 Microscopia Confocal a Laser (MCL)

Espécimes com biofilme de *C. albicans*, *S. mutans*, *S. aureus* e *P. aeruginosa* foram lavados em 2 mL de PBS e transferidos para placa de 24 poços. O corante foi preparado com

1,5 μL da solução do componente A e 1,5 μL da solução do componente B a 0,97 mL de PBS, conferindo 0,3% de concentração à mistura. Gotejou-se 300 μL da solução Live/Dead® BacLight™ L 7007 (Molecular Probes, Inc., Eugene, OR, EUA) sobre o biofilme e incubados por 15 minutos no escuro à temperatura ambiente. Os espécimes foram enxaguados 1x e montados em lamínula de vidro com óleo de imersão, para análise com Microscópio Confocal de Varredura à Laser (CSLM; Leica Microsystemns CMS, Mannheim, Alemanha) em que uma imagem por grupo foi capturada (aumento de 63x) (Figura 10).

Figura 10. Esquema gráfico da realização do ensaio de Microscopia Confocal a Laser (MCL).

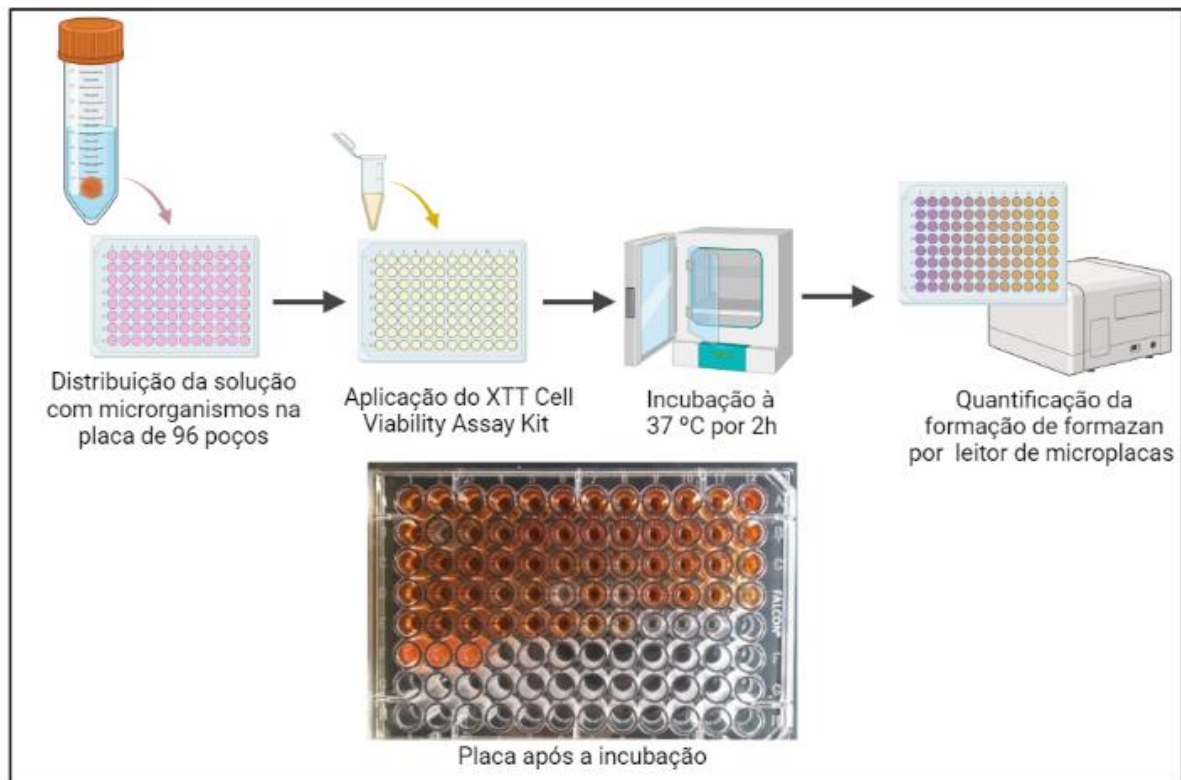


Fonte: Autoria própria realizada pelo bioRender, 2023.

3.2.6.5 Ensaio de redução de sais de tetrazólio-XTT

Avaliou-se a viabilidade do biofilme com o XTT Cell Viability Assay Kit (Uniscience, São Paulo, Brasil). Aliquotas de 100 μL da suspensão homogeneizada de cada tubo e 50 μL da solução de XTT [2,3-bis-(2-metoxi-4-nitro-5-sulfofenil)-2H-tetrazólio-5-carboxanilida] foram transferidas para cada poço (placa 96 poços), incubadas no escuro a 37 °C por 2 horas para quantificação da formação de formazan por espectrofotometria a 492 nm utilizando um leitor de microplacas (Synergy II, BioTek Instruments, Winooski, VT, Estados Unidos) (Figura 11).

Figura 11. Esquema gráfico da realização do ensaio de Ensaio de redução de sais de tetrazólio-XTT.



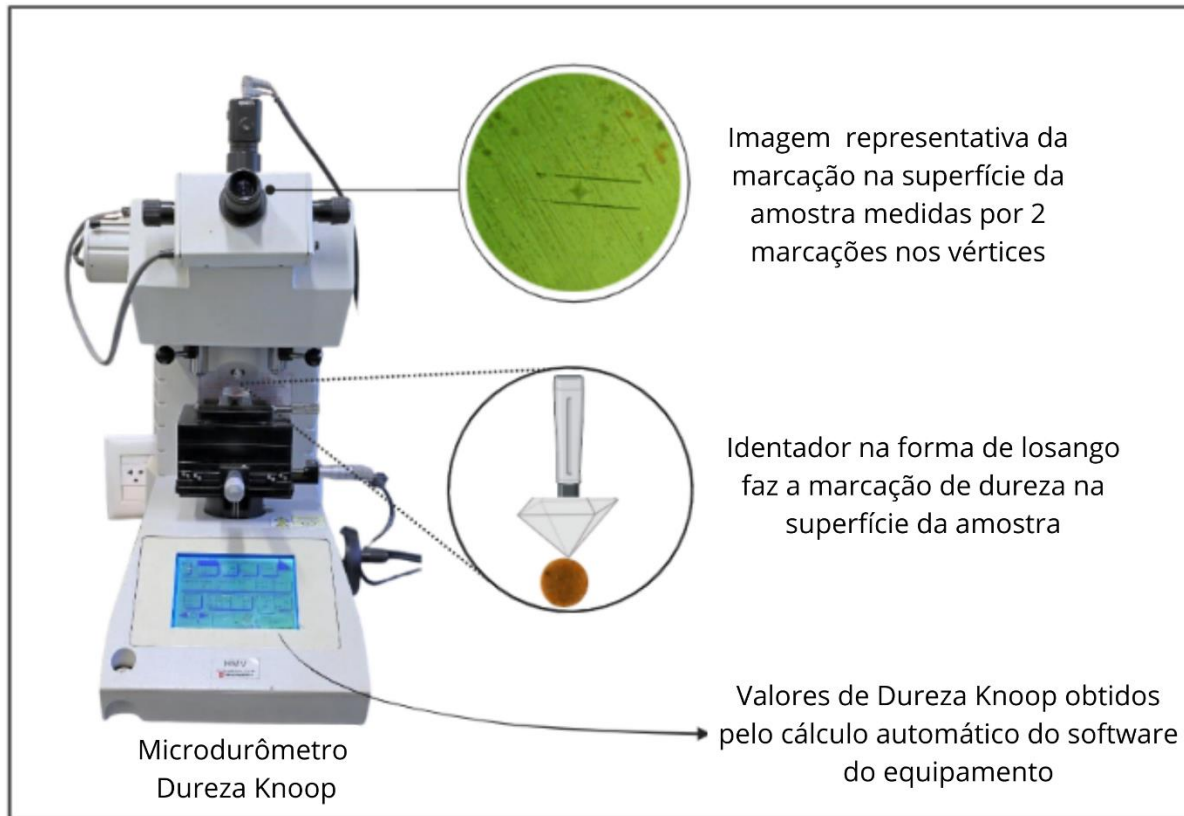
Fonte: Autoria própria realizada pelo bioRender, 2023.

3.2.7 Ensaios mecânicos e físicos

3.2.7.1 Dureza Superficial

A análise foi realizada por Microdurômetro (Shimadzu HMV-2000, Japão), com 3 medições aleatoriamente equidistantes por amostra, $n=10$ com penetrador tipo Knoop com carga de 25 gf por 5 segundos (ASTM E384). As indentações na superfície da amostra em formato de losango são medidas por 2 marcações nos vértices com aumento 40x. Os resultados de dureza Knoop foram obtidos pelo software do equipamento (Figura 12).

Figura 12. Esquema gráfico da realização do ensaio de dureza.



Fonte: Autoria própria realizada pelo bioRender, 2023

3.2.7.2 Rugosidade Superficial

A rugosidade superficial (NBR ISO 4297) foi avaliada por meio do microscópio confocal a laser 3D (LEXT 4000; Olympus, Hamburgo, Alemanha), que atua com a emissão de laser que analisa a superfície sem tocar a amostra com auxílio de lentes objetivas (MPLAPON) de 20x. Foram realizadas 3 medições equidistantes por amostra (n=8), pelos parâmetros S_a [μm] (Figura 13).

Figura 13. Esquema gráfico da realização do ensaio de rugosidade superficial.

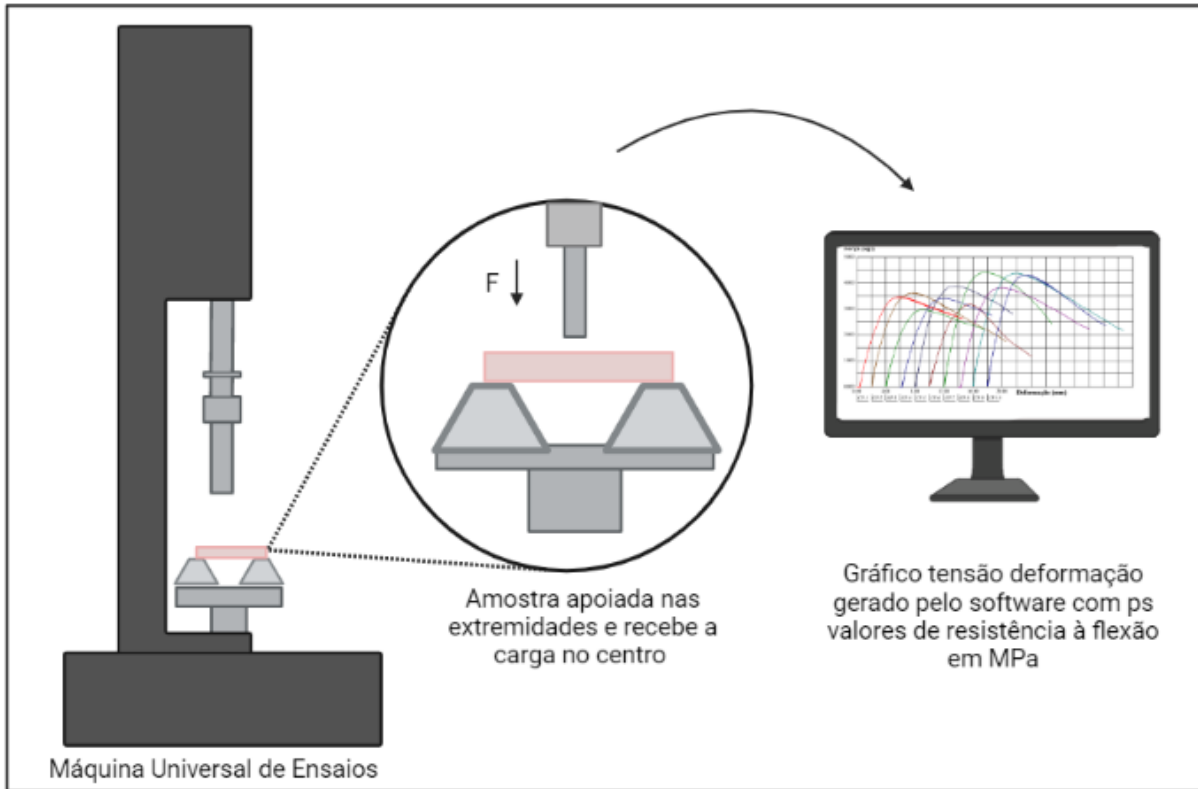


Fonte: Autoria própria realizada pelo bioRender, 2023.

3.2.7.3 Resistência à flexão

O ensaio de resistência à flexão de três pontos foi realizado de acordo com a ISO 20795-1:2008, em que os espécimes ($n=10$) foram posicionados na máquina universal de ensaios (EMIC DL 2000, São José dos Pinhais, Paraná, Brasil). O espécime foi apoiado em suas extremidades e recebeu carga de 20 kgf a uma velocidade de 5 mm/min em seu centro. A resistência à flexão em MPa foi calculada (Figura 14).

Figura 14. Esquema gráfico e equipamento utilizado para a realização do ensaio de Resistência à flexão.

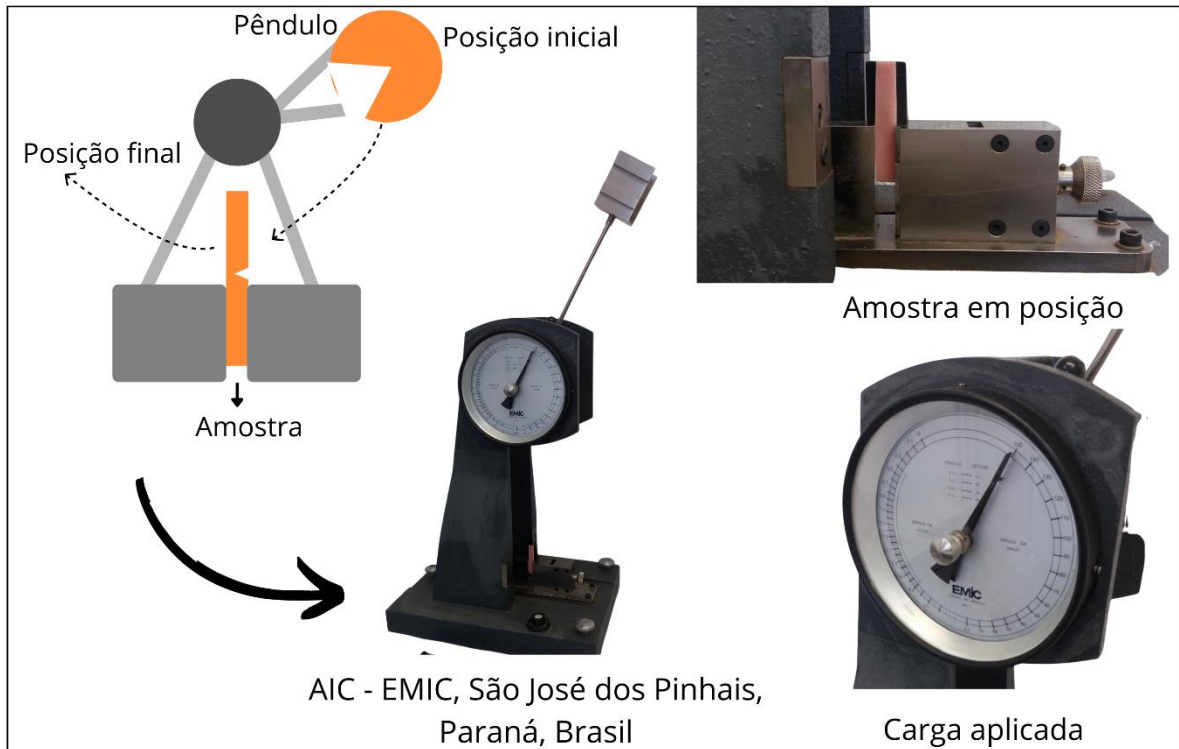


Fonte: Autoria própria realizada pelo bioRender, 2023.

3.2.7.4 Resistência ao impacto

O ensaio de resistência ao impacto foi realizado de acordo com a norma ASTM D256, com amostras confeccionadas sem entalhe ($n=10$), utilizando a máquina (AIC – EMIC, São José dos Pinhais, Paraná, Brasil) pelo sistema Izod, o qual aplica com um pêndulo em movimento a força de 2 J. O ensaio foi realizado na Universidade Federal de São Carlos, no Departamento de Engenharia de Materiais (DEMa) (Figura 15).

Figura 15. Esquema gráfico da realização do ensaio de Resistência ao impacto.

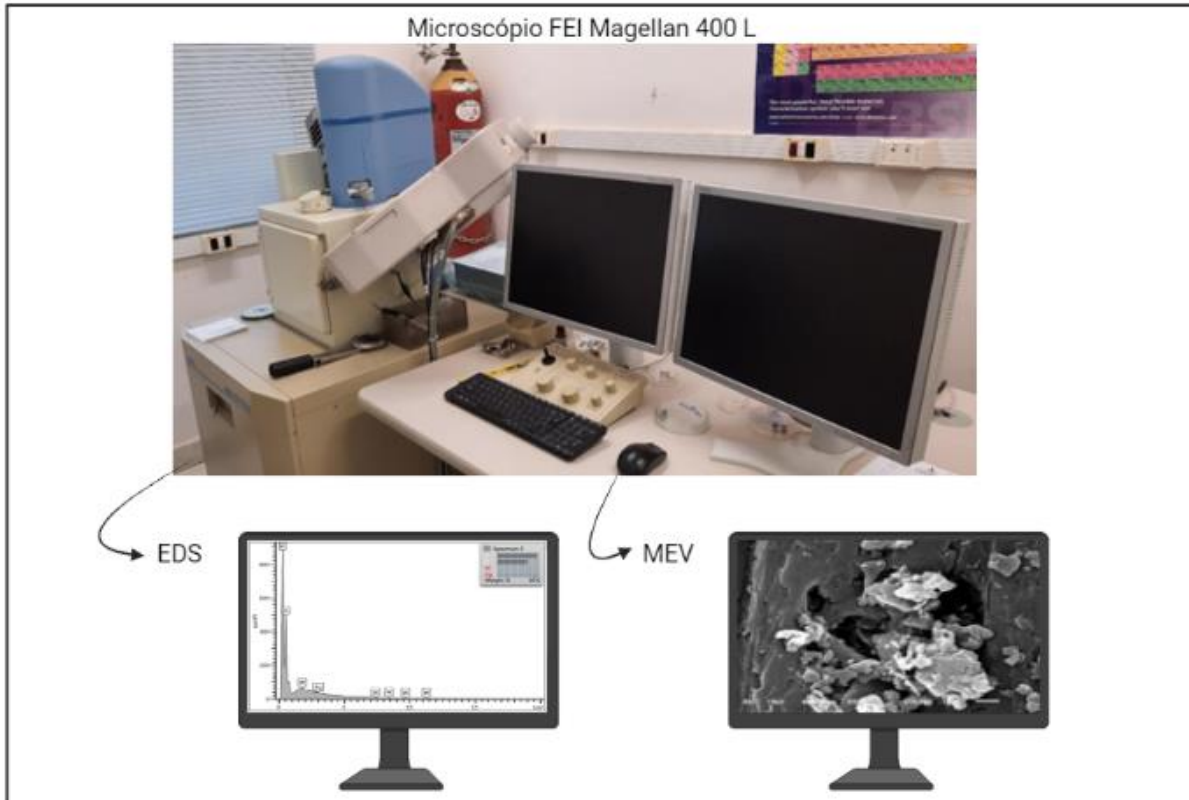


Fonte: Autoria própria e imagem por José Augusto Marcondes Agnelli, 2022.

3.2.7.5 Microscopia eletrônica de Varredura (MEV) e Microanálise de raios-X (EDS)

Para análise do padrão de incorporação e características superficiais, as amostras ($n=1$) foram avaliadas no microscópio FEI Magellan 400 L acoplado a um sistema de análise espectroscópica por energia dispersiva de raios X (EDS) para análise química qualitativa, dos elementos químicos distribuídos na superfície. Posteriormente as amostras foram recobertas com fina camada de ouro para tornar a superfície condutora de elétrons, e possibilitar a análise de microscopia eletrônica de varredura, no mesmo equipamento, com imagens obtidas nos aumentos 500 x 1.000 x e 10.000 x (Figura 16).

Figura 16. Esquema gráfico do ensaio de Microscopia eletrônica de Varredura (MEV) e Microanálise de raios-X (EDS).

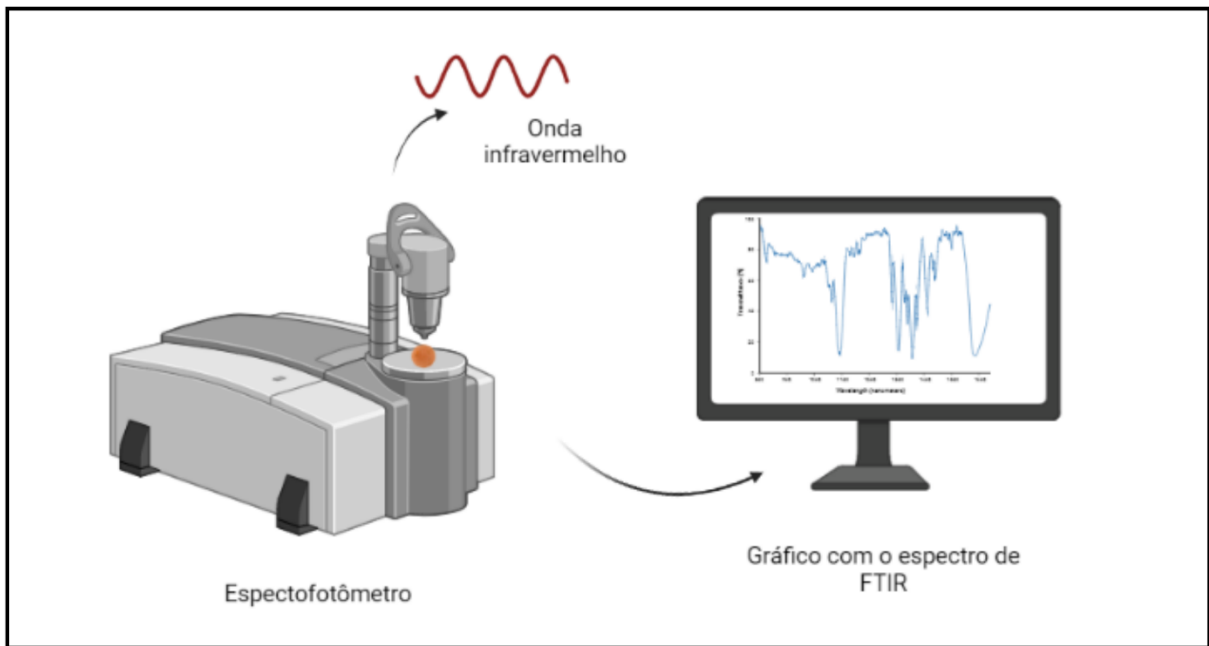


Fonte: Autoria própria, imagem por José Augusto Maulim, 2021.

3.2.7.6 Espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier (FTIR)

O FTIR foi realizado em um espectrofotômetro (IRSpirit, Shimadzu Corp., Japão) para identificar grupos funcionais da resina SC e HC modificada. Os espectros de FTIR foram registrados na faixa de $4000\text{--}400\text{ cm}^{-2}$ (Figura 17).

Figura 17. Esquema gráfico da realização do ensaio de Espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier (FTIR).



Fonte: Autoria própria realizada pelo bioRender, 2023.

3.2.8 Análise estatística

Para análise estatística utilizou-se o software IBM SPSS Statistics v.21. Avaliou-se a distribuição e normalidade dos dados pelo teste de Shapiro-Wilk ($P < 0,05$) e aplicou-se os testes paramétricos de ANOVA de um fator seguido de pós-teste de Tukey para os ensaios de resistência à flexão, resistência ao impacto, dureza e rugosidade; ANOVA de dois fatores seguido de pós-teste de Bonferroni para o ensaio de UFC/mL, com nível de significância de 5%. Os dados do ensaio de atividade metabólica (XTT) apresentaram distribuição não-normal e foram avaliados pelo teste não-paramétrico de Kruskal-Wallis e pós teste de Dunn, com nível de significância de 5%. Para os ensaios de CIM, MCL, MEV, EDS e FTIR foi realizada uma análise qualitativa dos dados.

4. Resultados

4. RESULTADOS

4.1 Determinação da Concentração Inibitória Mínima (CIM) do β -AgVO₃ e α -Ag₂WO₄

A análise qualitativa dos dados de CIM do β -AgVO₃ e α -Ag₂WO₄ frente aos microrganismos *P. aeruginosa*, *C. albicans*, *S. aureus* e *S. mutans*, (Tabela 4), mostrou que o α -Ag₂WO₄ apresentou melhor CIM em mg/mL frente à *C. albicans*, *S. aureus* e *S. mutans* comparado ao β -AgVO₃.

Tabela 4. CIM em mg/mL do β -AgVO₃ e α -Ag₂WO₄ frente aos microrganismos avaliados.

Concentração em mg/mL				
Materiais	<i>P. aeruginosa</i>	<i>C. albicans</i>	<i>S. aureus</i>	<i>S. mutans</i>
β -AgVO ₃	0,05	0,23	0,23	0,93
α -Ag ₂ WO ₄	0,05	0,05	0,05	0,23

4.2 Avaliação da atividade antimicrobiana

4.2.1 Unidades Formadoras de Colônias (UFC)

A partir dos resultados obtidos por ANOVA de dois fatores seguido de pós-teste de Bonferroni, o ensaio de UFC/mL mostrou que a incorporação de α -Ag₂WO₄ não apresentou redução da UFC/mL frente a nenhum grupo avaliado para os quatro microrganismos (Gráficos 1, 2, 3 e 4). O β -AgVO₃ obteve redução de *P. aeruginosa* nos grupos AP 3% (3,85 UFC/mL) e TP 3% (1,52 UFC/mL) (Gráfico 1), não teve eficácia frente à *S. aureus*, (Gráfico 2). O grupo de 3% TP (2,24 UFC/mL) e AP (1,53 UFC/mL) reduziram o crescimento de *S. mutans* (Gráfico 3) e para *C. albicans*, a porcentagem de 3% foi eficaz no grupo AP (3,73 UFC/mL) (Gráfico 4).

Gráfico 1. Gráfico representativa dos resultados CFU/mL das resinas autopolimerizável (AP) e termopolimerizável (TP) modificadas com β -AgVO₃ e α -Ag₂WO₄ contra *P. aeruginosa*. Média e desvio padrão. ANOVA e Bonferroni ($P < 0,05$). * Significa diferença estatística em comparação com o grupo de controle

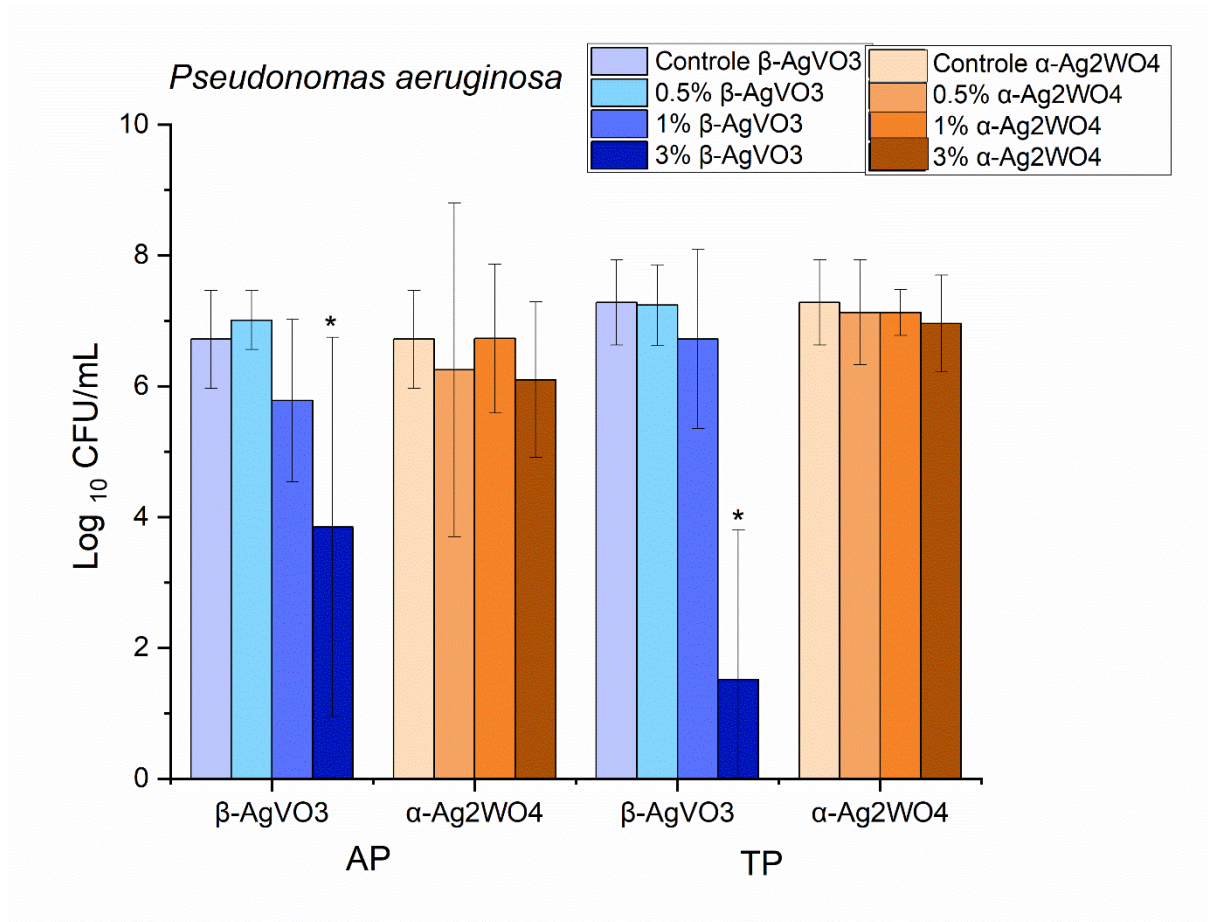


Gráfico 2. Gráfico representativa dos resultados CFU/mL das resinas autopolimerizável (AP) e termopolimerizável (TP) modificadas com β -AgVO₃ e α -Ag₂WO₄, contra *S. aureus*. Média e desvio padrão. ANOVA e Bonferroni ($P < 0,05$). * Significa diferença estatística em comparação com o grupo de controle

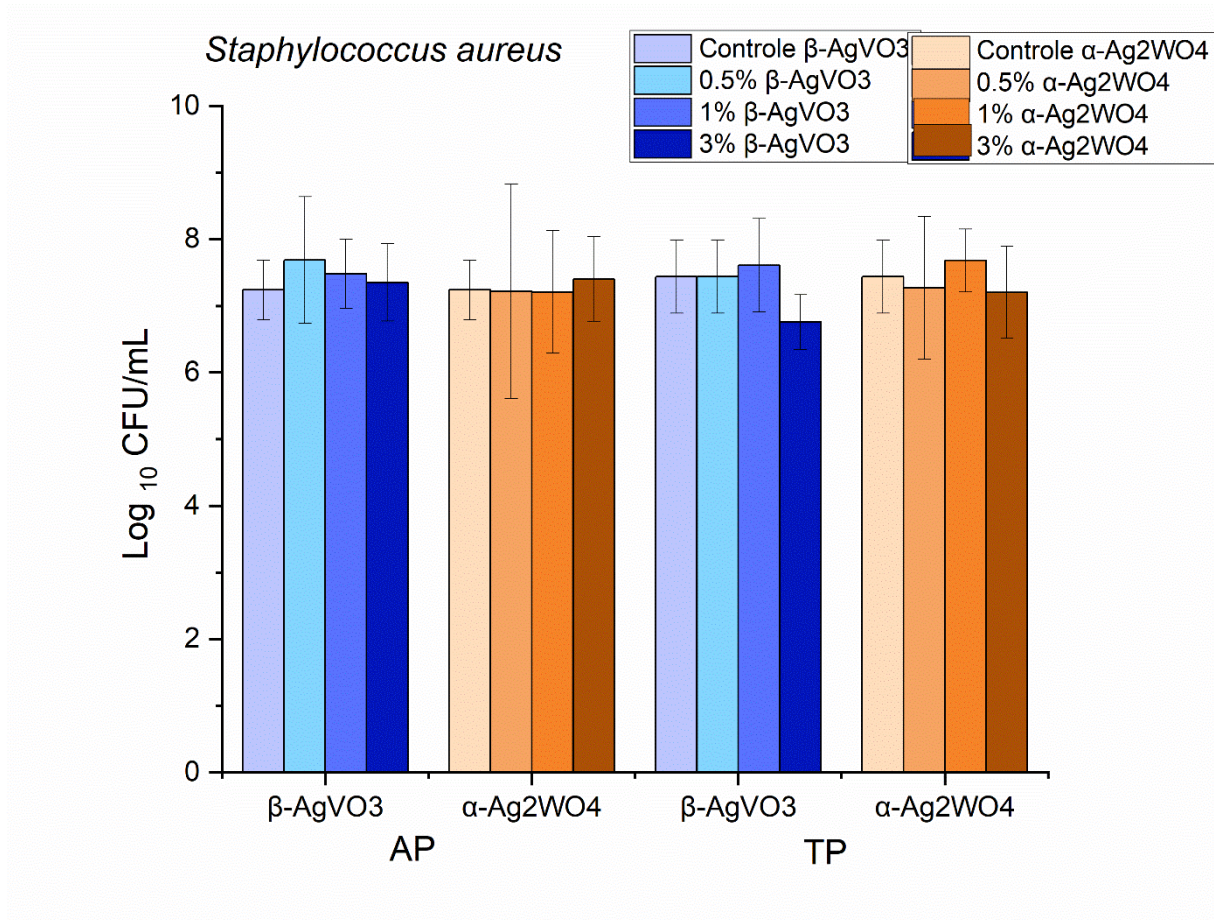


Gráfico 3. Gráfico representativa dos resultados CFU/mL das resinas autopolimerizável (AP) e termopolimerizável (TP) modificadas com β -AgVO₃ e α -Ag₂WO₄, contra *S. mutans*. Média e desvio padrão. ANOVA e Bonferroni ($P < 0,05$). * Significa diferença estatística em comparação com o grupo de controle

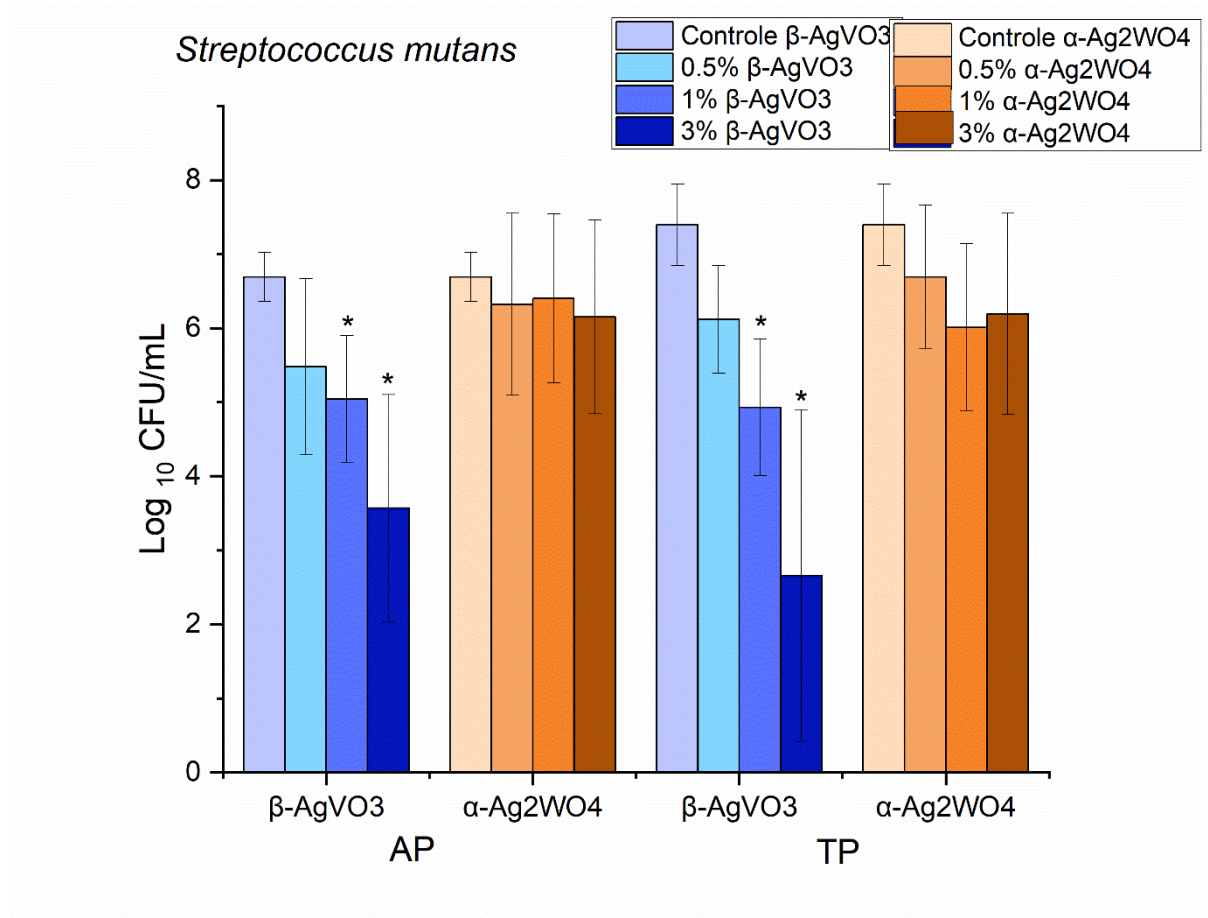
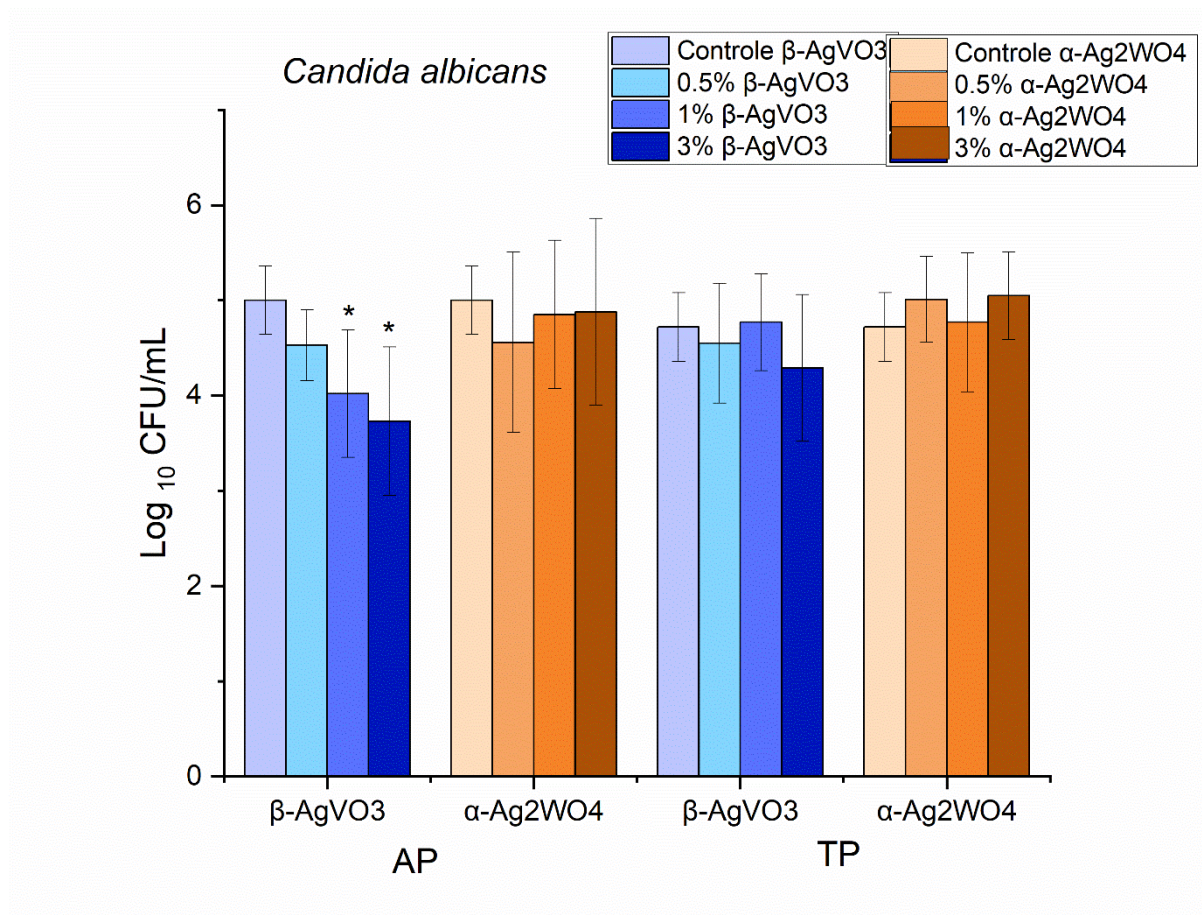


Gráfico 4. Gráfico representativa dos resultados CFU/mL das resinas autopolimerizável (AP) e termopolimerizável (TP) modificadas com β -AgVO₃ e α -Ag₂WO₄, contra *C. albicans*. Média e desvio padrão. ANOVA e Bonferroni ($P < 0,05$). * Significa diferença estatística em comparação com o grupo de controle



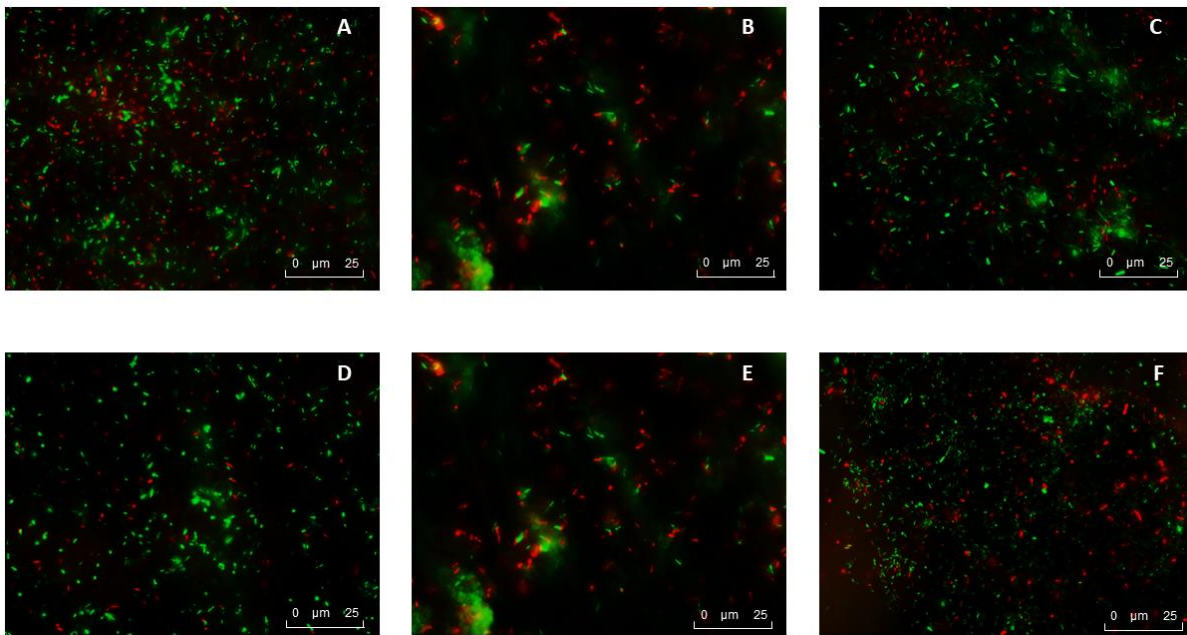
4.2.2 Microscopia confocal a laser (MCL)

Uma análise qualitativa das imagens obtidas na MCL mostrou a formação de biofilme na superfície das amostras foi apresentada qualitativamente nas imagens obtidas no ensaio de MCL frente aos microrganismos propostos neste estudo, em que células coradas de verde representam as vivas e coradas de vermelho as mortas.

P. aeruginosa

Para *P. aeruginosa* (Figura 18), a resina AP no grupo controle (Figura 18 A) e 3% α -Ag₂WO₄ (Figura 18 C) mostraram a adesão de grande quantidade de bactérias vivas (coradas em verde) e poucas mortas (coradas em vermelho). Para TP, observou-se que 3% α -Ag₂WO₄ (Figura 18 F) apresentou maior adesão de bactérias vivas do que o grupo controle (Figura 18 D). Para o 3% β -AgVO₃ AP (Figura 18 B) e TP (Figura 18 E) observou-se redução da adesão microbiana e grande quantidade de bactérias mortas.

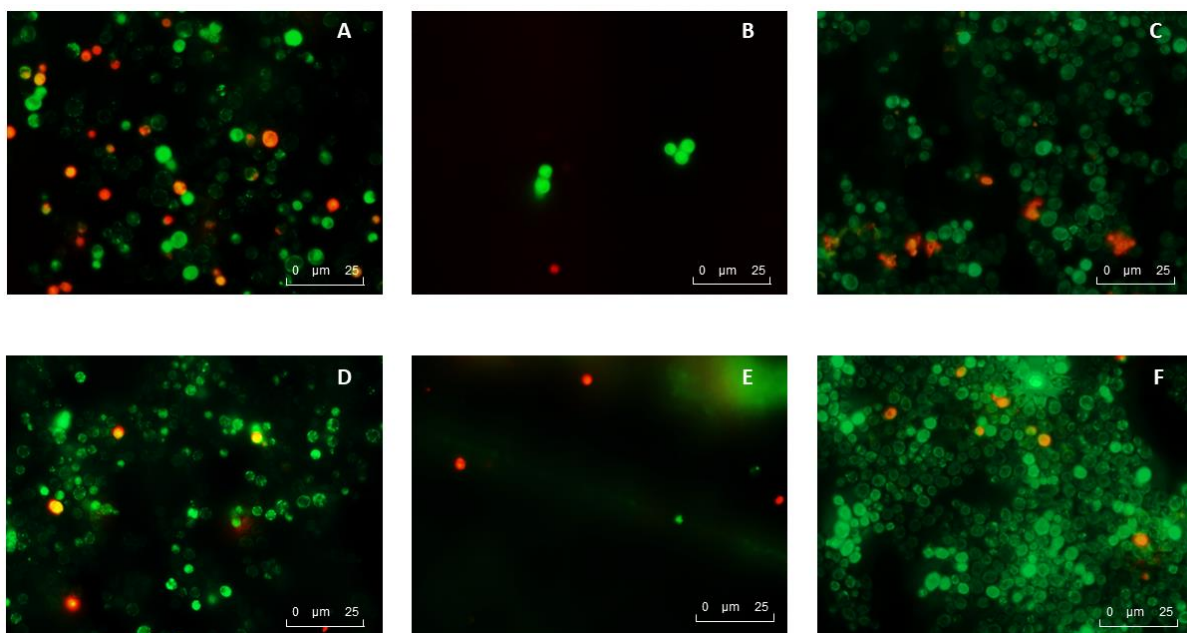
Figura 18. Figura representativa dos resultados MCL das resinas autopolimerizável (AP) e termopolimerizável (TP) modificadas com β -AgVO₃ e α -Ag₂WO₄. MCL por live/dead contra *P. aeruginosa* sendo A) controle AP, B) 3% β -AgVO₃ AP, C) 3% α -Ag₂WO₄ AP, D) controle TP, E) 3% β -AgVO₃ TP, F) 3% α -Ag₂WO₄ TP.



C. albicans

Para *C. albicans* (Figura 19), 3% β -AgVO₃ AP (Figura 19 B) e TP (Figura 19 E) apresentaram redução significativa da adesão bacteriana e poucas bactérias vivas e mortas são observadas. O 3% α -Ag₂WO₄ apresentou maior adesão de bactérias vivas comparado ao controle para AP (Figura 19 A e C) e TP (Figura 19 D e F).

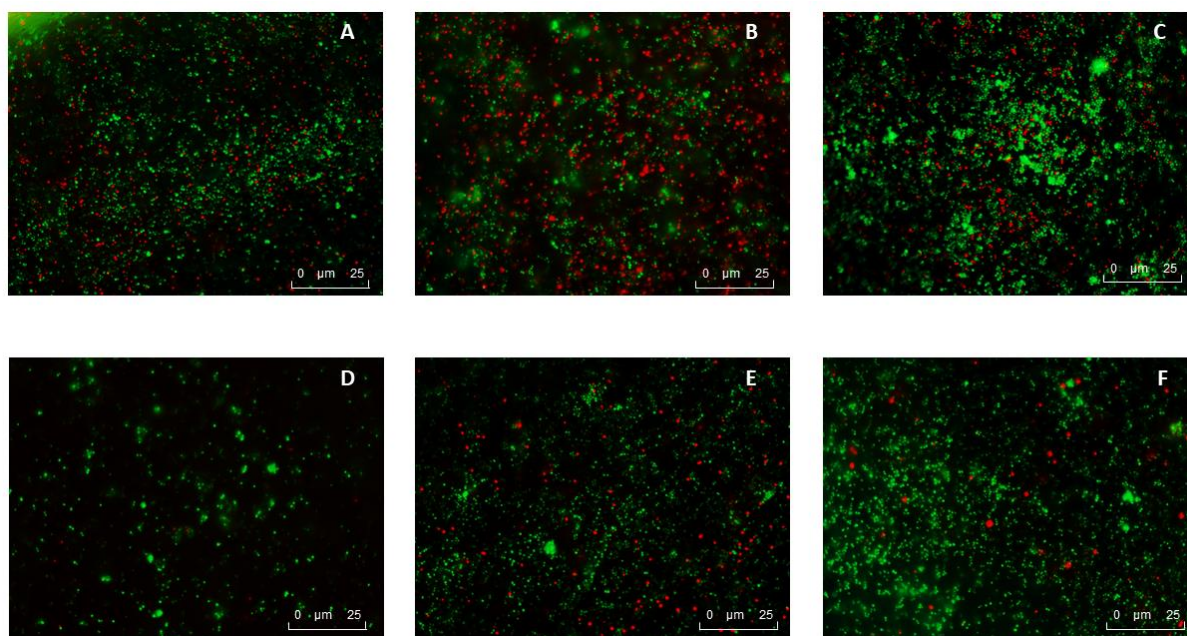
Figura 19. Figura representativa dos resultados de MCL das resinas autopolimerizável (AP) e termopolimerizável (TP) modificadas com β -AgVO₃ e α -Ag₂WO₄. MCL por live/dead contra *C. albicans* sendo A controle AP, B 3% β -AgVO₃ AP, C 3% α -Ag₂WO₄ AP, D controle TP, E 3% β -AgVO₃ TP, F 3% α -Ag₂WO₄ TP.



S. aureus

Para *S. aureus* (Figura 20), observou-se grande adesão bacteriana no controle e 3% α - Ag_2WO_4 , com predominância de bactérias vivas para AP (Figura 20 A e C) e TP (Figura 20 D e F). Para o 3% β - AgVO_3 AP observou-se adesão significativa de bactérias mortas (Figura 20 B), enquanto para TP, observou-se predominância de bactérias vivas e ausência de redução na adesão (Figura 20 E).

Figura 20. Figura representativa dos resultados de MCL das resinas autopolimerizável (AP) e termopolimerizável (TP) modificadas com β - AgVO_3 e α - Ag_2WO_4 . MCL por live/dead contra *S. aureus* sendo A controle AP, B 3% β - AgVO_3 AP, C 3% α - Ag_2WO_4 AP, D controle TP, E 3% β - AgVO_3 TP, F 3% α - Ag_2WO_4 TP.

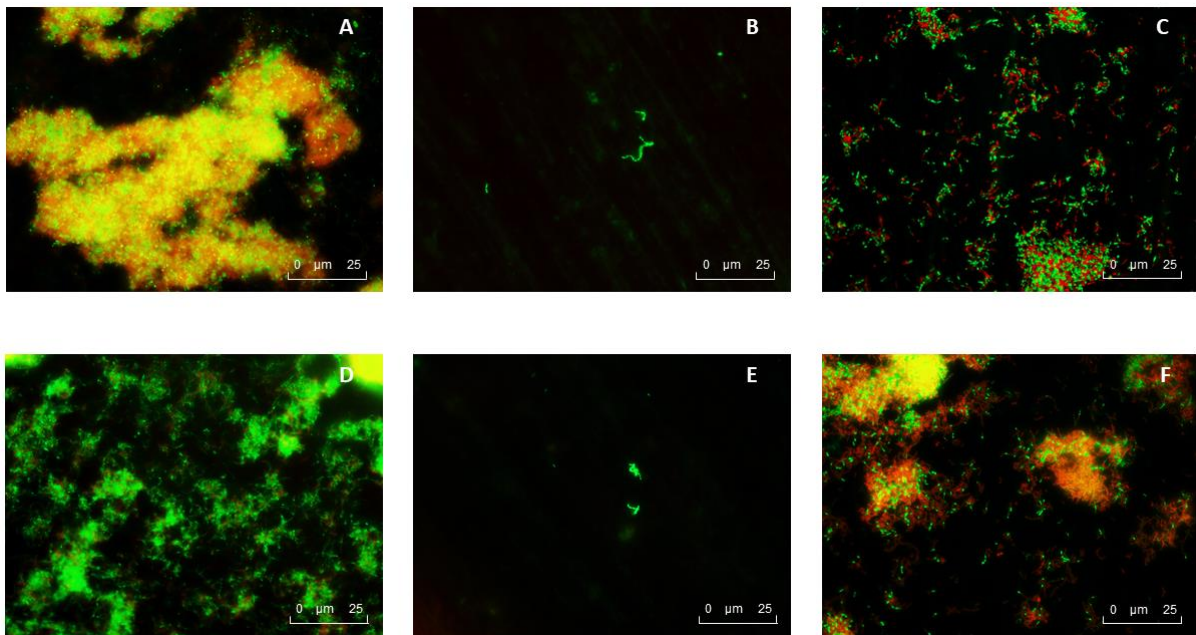


S. mutans

Para *S. mutans* (Figura 21), 3% β - AgVO_3 AP (Figura 21 B) e TP (Figura 21 E) apresentaram redução significativa da adesão bacteriana e poucas bactérias vivas são observadas. Os grupos controles AP (Figura 21 A) e TP (Figura 21 D) apresentaram grande adesão bacteriana com predominância de bactérias vivas, no entanto, o controle AP apresentou sobreposição de células vivas e mortas, o que gerou coloração amarelada na imagem (Figura 21 A). Para 3% α - Ag_2WO_4 , observou-se grande adesão bacteriana para AP (Figura 21 C) e TP (Figura 21 F).

Figura 21. Figura representativa dos resultados de MCL das resinas autopolimerizável (AP) e termopolimerizável (TP) modificadas com β - AgVO_3 e α - Ag_2WO_4 . MCL por live/dead contra *S. mutans* sendo A

controle AP, B 3% β -AgVO₃ AP, C 3% α -Ag₂WO₄ AP, D controle TP, E 3% β -AgVO₃ TP, F 3% α -Ag₂WO₄ TP.



4.2.3 Ensaio de redução de sais de tetrazólio-XTT

A partir dos resultados obtidos pelo teste não-paramétrico de Kruskal-Wallis e pós teste de Dunn, a viabilidade do biofilme de *S. aureus*, *P. aeruginosa*, *S. mutans* e *C. albicans* em função da absorvância pela redução do XTT está disposto na (Gráficos 5, 6, 7, 8), respectivamente. Não foi observada diferença na atividade metabólica para os quatro microrganismos na incorporação de α -Ag₂WO₄ ($P > 0.05$). Para 3% β -AgVO₃ de AP e TP observou-se redução da atividade metabólica de *P. aeruginosa* ($P = 0,014$ e $P = 0,025$) (Gráfico 5) e *S. aureus* ($P = 0.049$ e $P = 0.007$) (Gráfico 6), 1% ($P = 0.001$) e 3% ($P = 0.003$) de β -AgVO₃ AP e 3% ($P = 0.031$) TP reduziram a atividade metabólica da *C. albicans* (Gráfico 7). β -AgVO₃ não teve influência na atividade metabólica do *S. mutans* ($P > 0.05$) (Gráfico 8).

Gráfico 5. Gráfico representativo dos resultados de XTT das resinas autopolimerizável (AP) e termopolimerizável (TP) modificadas com β -AgVO₃ e α -Ag₂WO₄, contra *P. aeruginosa*. Kruskal-Wallis e Dunn ($P < 0,05$). * Significa diferença estatística em comparação com o grupo de controle.

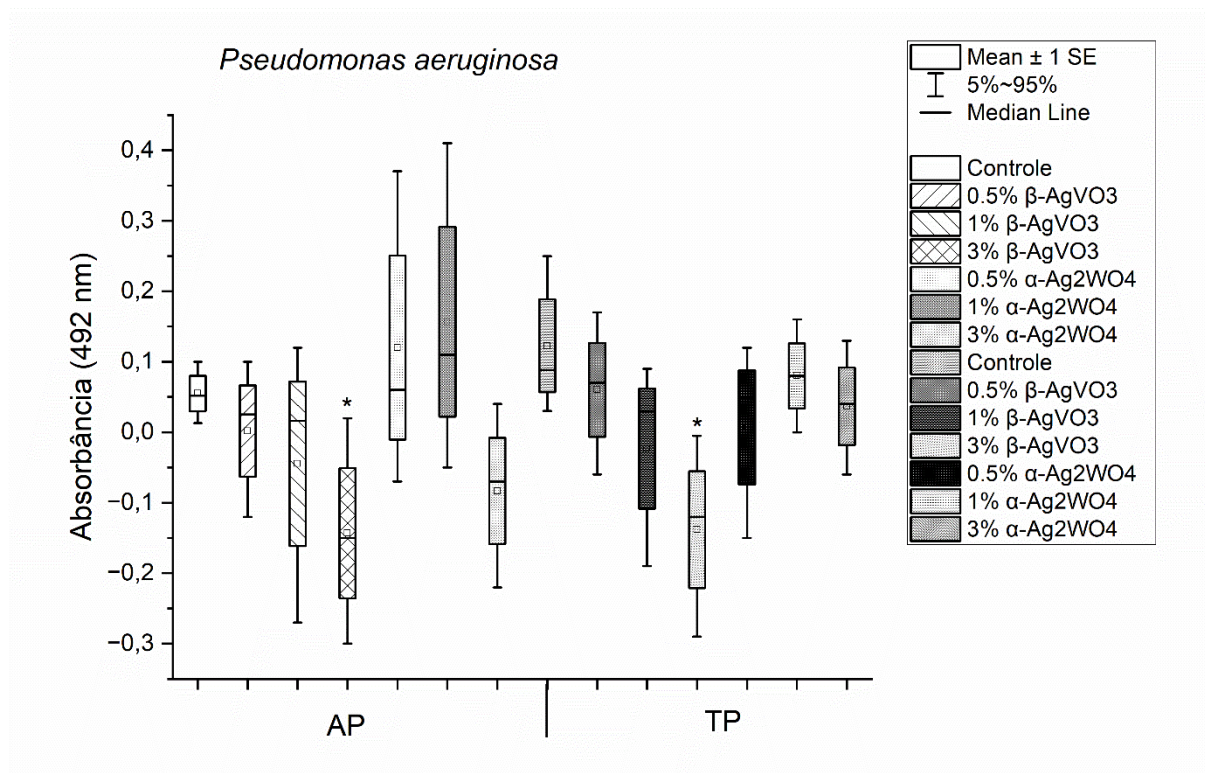


Gráfico 6. Gráfico representativa dos resultados de XTT das resinas autopolimerizável (AP) e termopolimerizável (TP) modificadas com β -AgVO₃ e α -Ag₂WO₄, contra *S. aureus*. Kruskal-Wallis e Dunn ($P < 0,05$). * Significa diferença estatística em comparação com o grupo de controle.

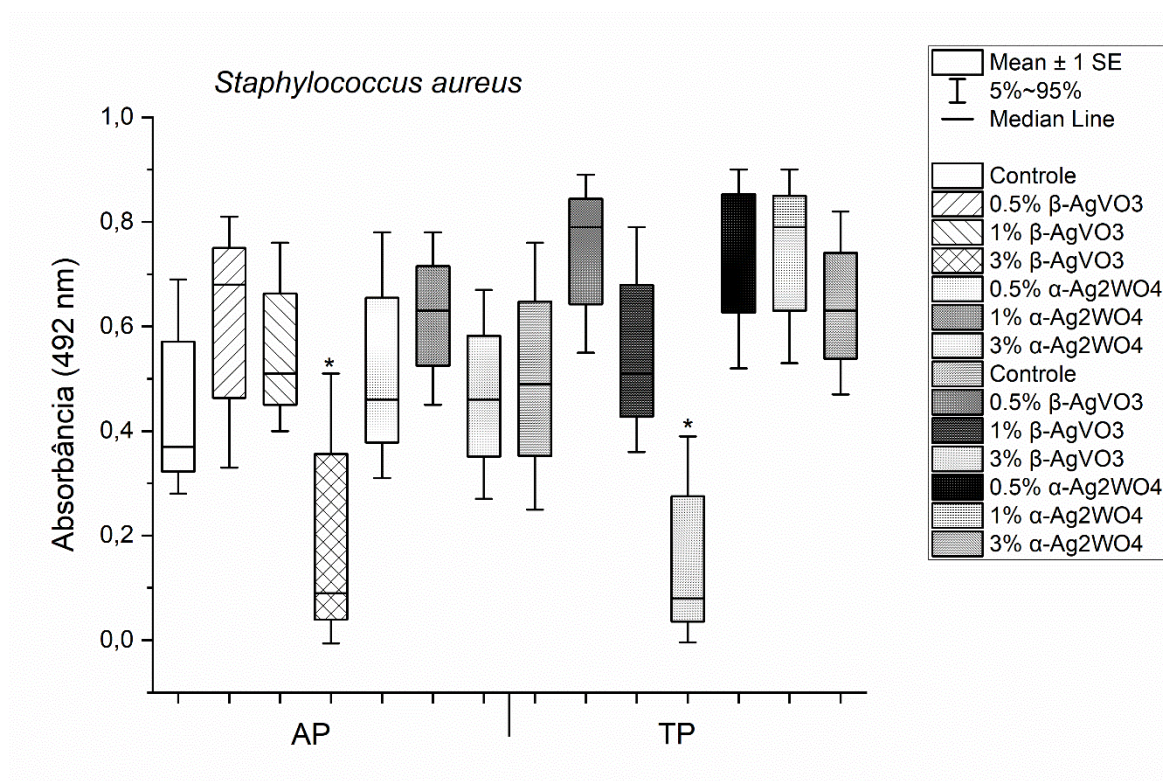


Gráfico 7. Gráfico representativa dos resultados de XTT das resinas autopolimerizável (AP) e termopolimerizável (TP) modificadas com β -AgVO₃ e α -Ag₂WO₄ contra *C. albicans*. Kruskal-Wallis e Dunn ($P < 0,05$). * Significa diferença estatística em comparação com o grupo de controle.

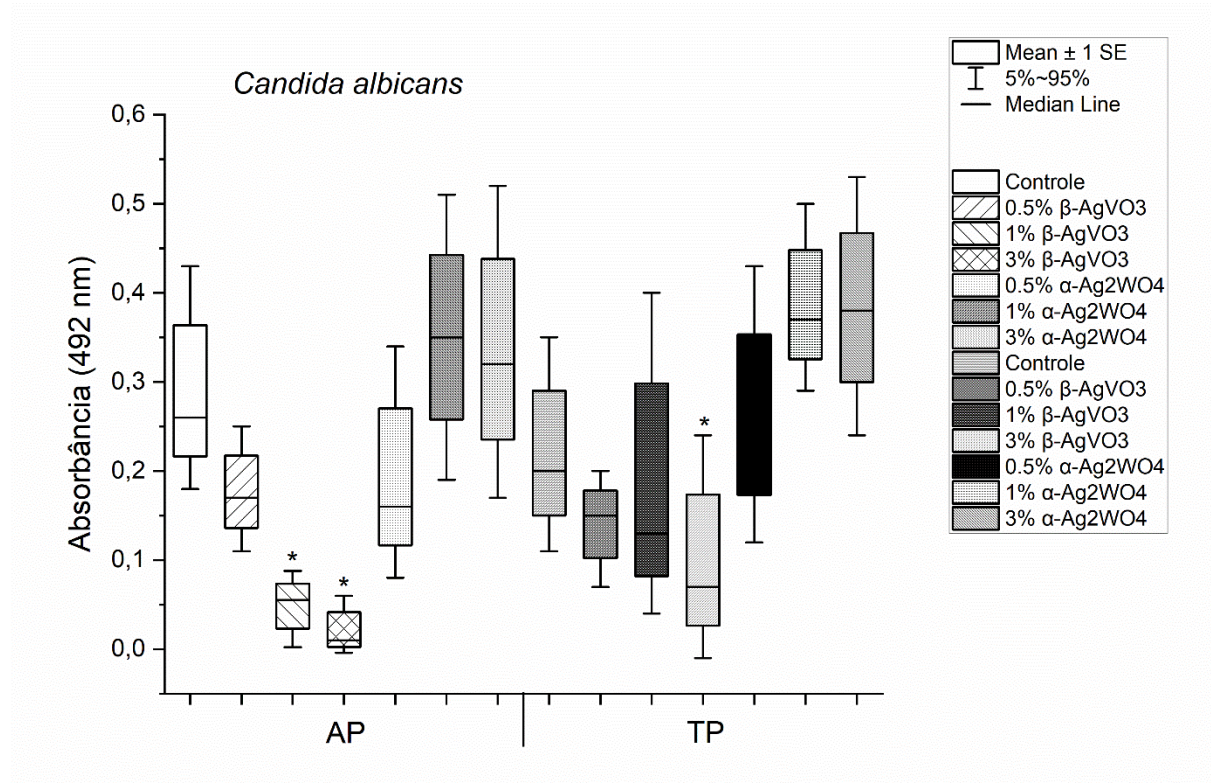
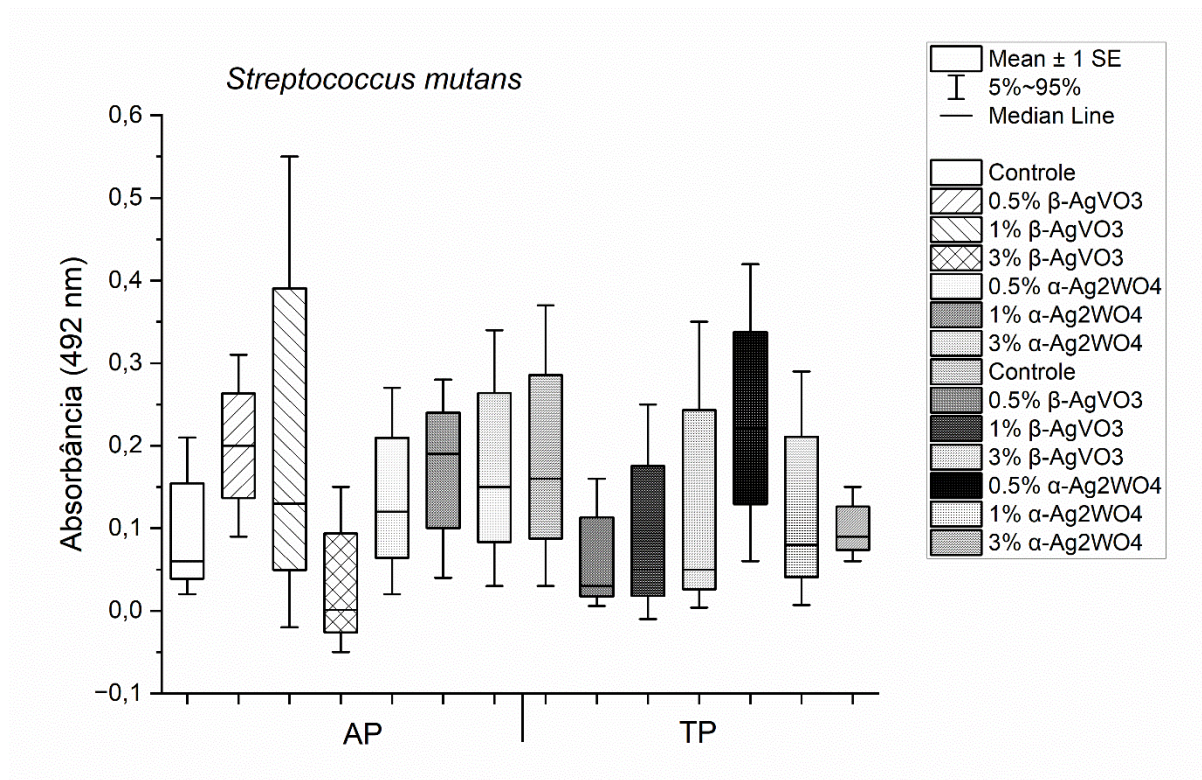


Gráfico 8. Gráfico representativa dos resultados de XTT das resinas autopolimerizável (AP) e termopolimerizável (TP) modificadas com β -AgVO₃ e α -Ag₂WO₄, contra *S. mutans*. Kruskal-Wallis e Dunn ($P < 0,05$). * Significa diferença estatística em comparação com o grupo de controle.

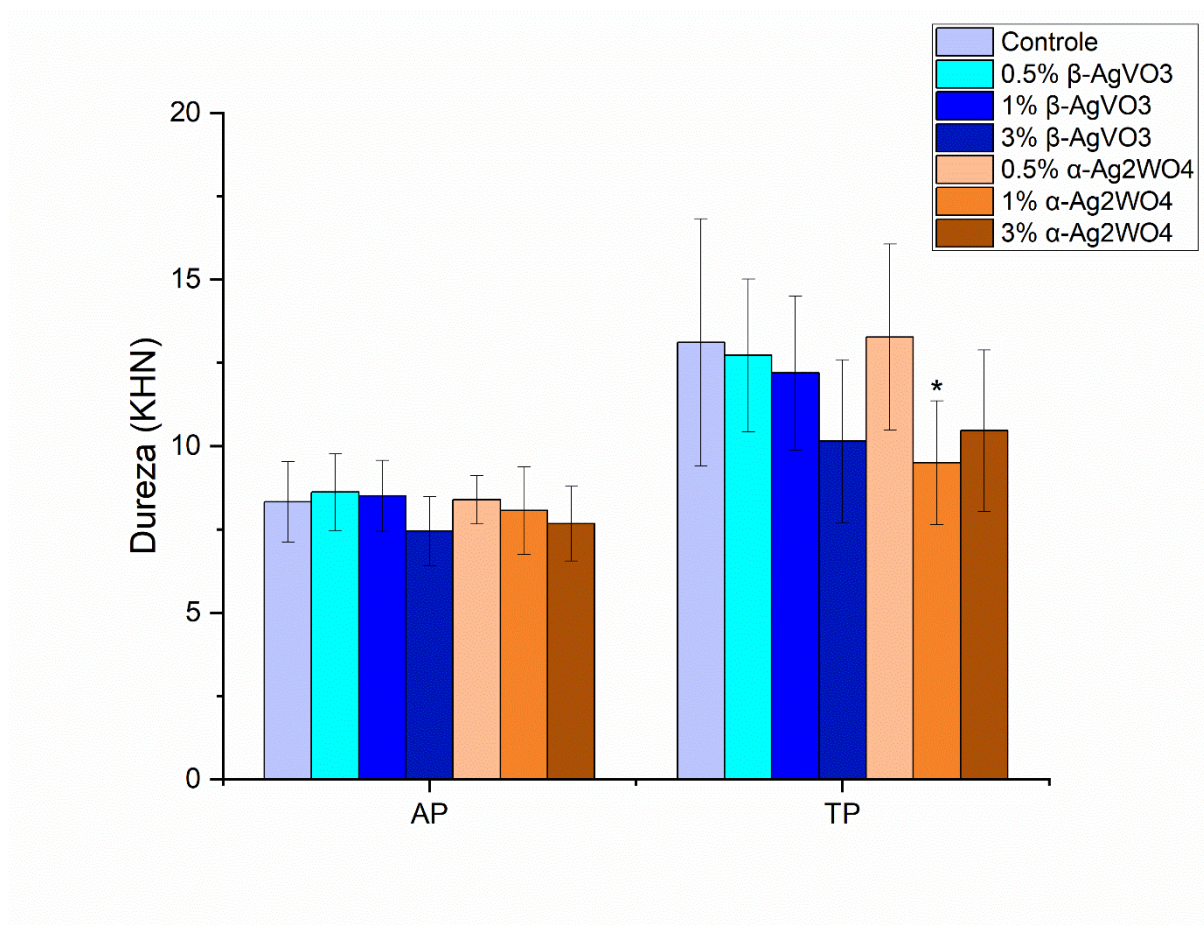


4.3 Ensaios mecânicos e físicos

4.3.1 Dureza superficial

Após aplicar ANOVA de um fator seguido de pós-teste de Tukey, observou-se que incorporar β -AgVO₃ e α -Ag₂WO₄ nas 3 concentrações avaliadas não modifica a dureza da AP ($P > 0,05$). A incorporação de 1% de α -Ag₂WO₄ reduziu a dureza da TP ($P = 0,043$). A incorporação de todas as concentrações de β -AgVO₃ (0,5%, 1% e 3%) e de 0,5% e 3% de α -Ag₂WO₄ não alteraram a dureza da HC ($P > 0,05$). Resultados expressos no (Gráfico 9).

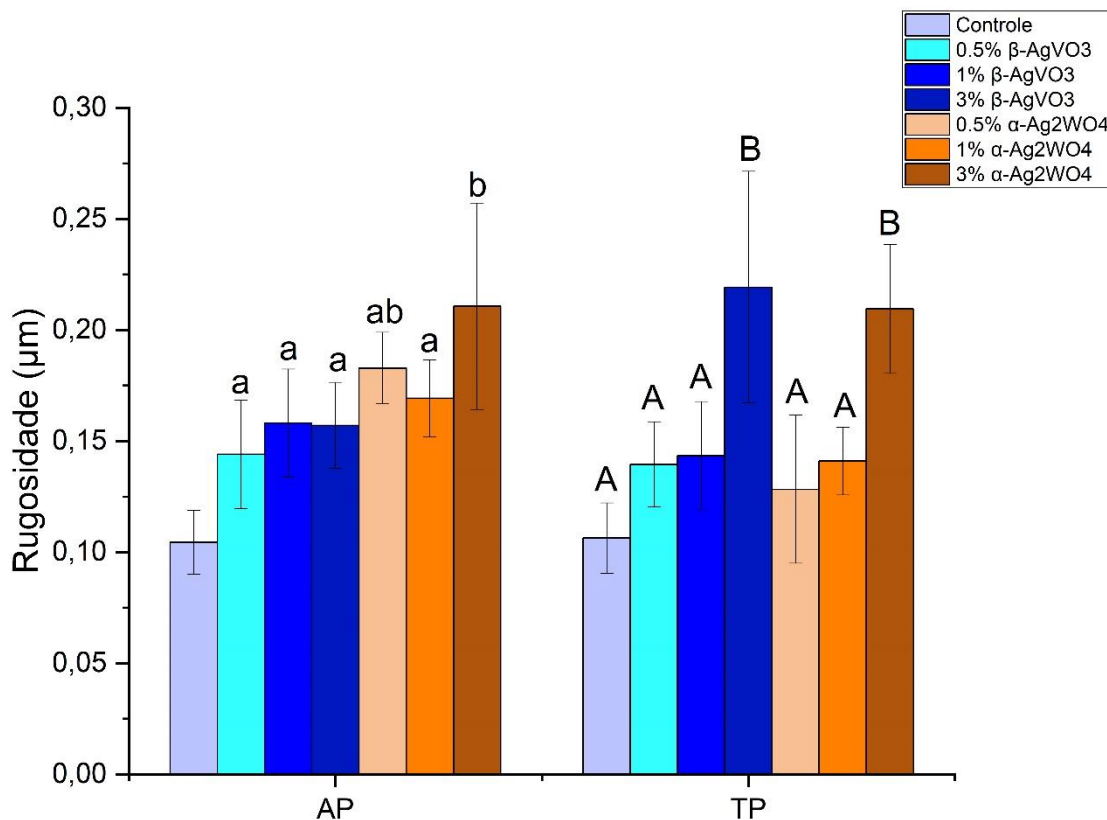
Gráfico 9. Resultados de dureza (KHN) e desvio padrão (DP) de resinas autopolimerizável (AP) e termopolimerizável (TP) incorporadas com (0%, 0,5%, 1% e 3%) de β -AgVO₃ e α -Ag₂WO₄. Média e desvio padrão. ANOVA e Tukey ($P > 0,05$). * Corresponde à diferença estatística em relação ao controle.



4.3.2 Rugosidade superficial

Após aplicar ANOVA de um fator seguido de pós-teste de Tukey, observou-se que para a resina AP, observou-se que o grupo com 3% de α -Ag₂WO₄ mostrou maior rugosidade comparada aos demais grupos ($P < 0,05$), sem diferença estatística com o grupo 0,5% de α -Ag₂WO₄ ($P = 0,314$). Os grupos incorporados com todas as concentrações de β -AgVO₃ e 0,5% e 1% de α -Ag₂WO₄ mostraram maior rugosidade comparados ao controle ($P < 0,05$) e menor comparados ao 3% de α -Ag₂WO₄. Na resina TP a incorporação de 3% de β -AgVO₃ ($P = 0,01$) e 3% de α -Ag₂WO₄ ($P = 0,002$) causou maior rugosidade. (Gráfico 2).

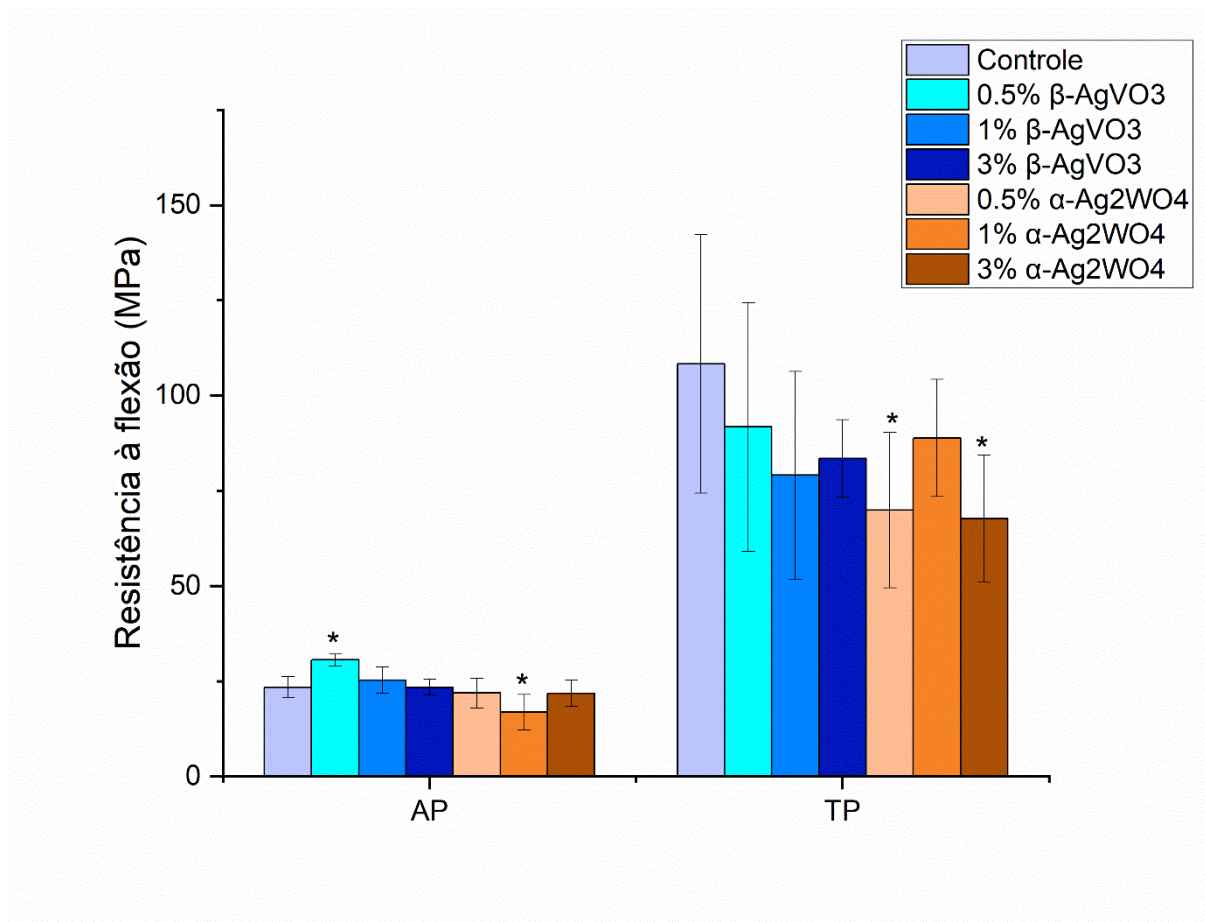
Gráfico 2. Resultados de rugosidade superficial (μm) de resinas autopolimerizável (AP) e termopolimerizável (TP) incorporadas com (0%, 0,5%, 1% e 3%) de β -AgVO₃ e α -Ag₂WO₄. Média e desvio padrão. ANOVA e Tukey ($P > 0,05$). Letras iguais minúsculas correspondem a semelhança estatística nos grupos da resina AP, e letras maiúsculas iguais correspondem a semelhanças estatísticas nos grupos da resina TP.



4.3.3 Resistência à flexão

A resistência à flexão foi analisada por ANOVA de um fator seguido de pós-teste de Tukey e observou-se que para a resina AP observou-se diferença significativa em relação aos grupos na incorporação de 0,5% de $\beta\text{-AgVO}_3$ ($P = 0,00$) com maior resistência à flexão e o 1% $\alpha\text{-Ag}_2\text{WO}_4$ com menores valores de resistência a flexão. Ao comparar os grupos com incorporação de $\beta\text{-AgVO}_3$ e $\alpha\text{-Ag}_2\text{WO}_4$ na resina TP, observou-se que a adição de 0,5% de $\alpha\text{-Ag}_2\text{WO}_4$ ($P = 0,006$) e 3% de $\alpha\text{-Ag}_2\text{WO}_4$ ($P = 0,03$) apresentaram redução da resistência à flexão comparados ao controle. Resultados expressos no (Gráfico 11).

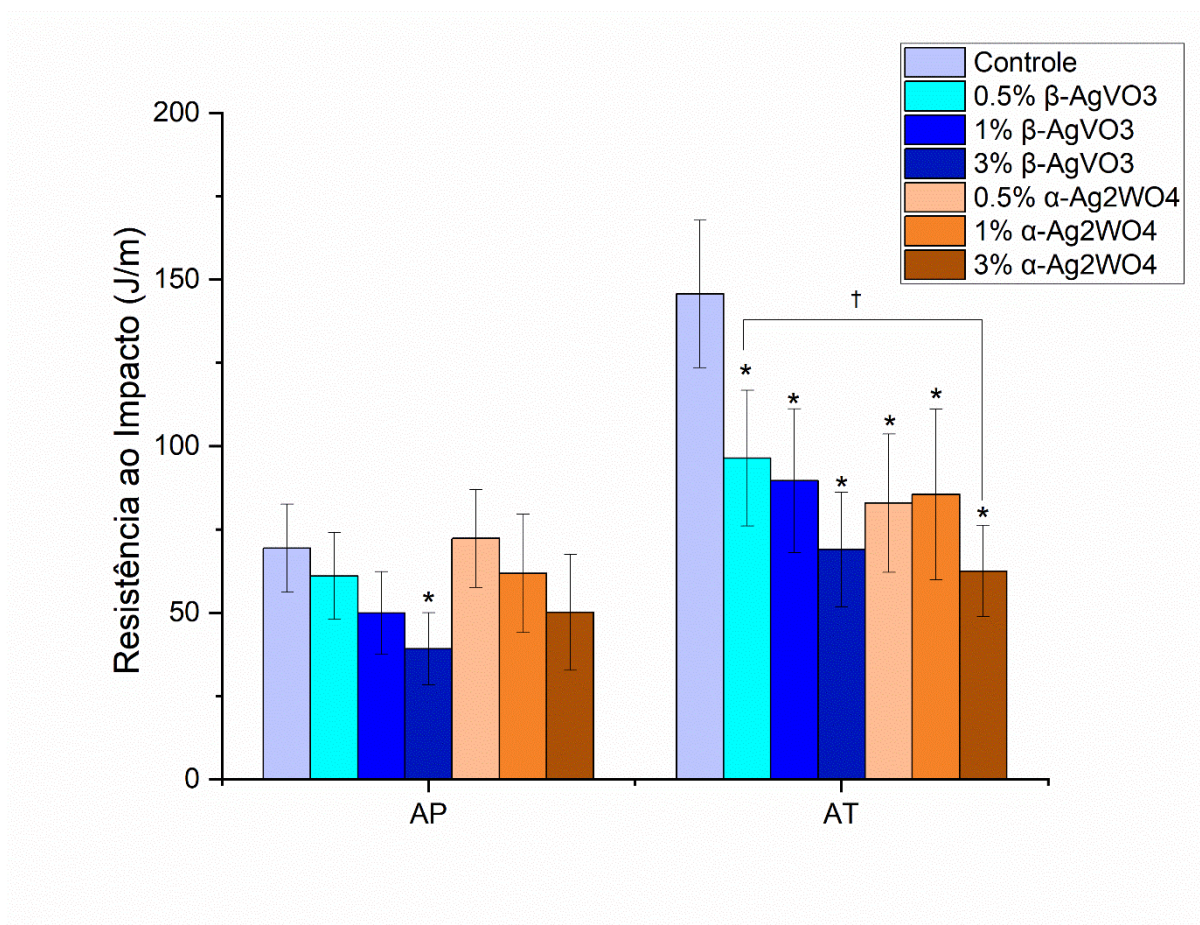
Gráfico 11. Resultado de resistência à flexão (MPa) e desvio padrão (DP) de resinas autopolimerizável (AP) e termopolimerizável (TP) incorporadas com (0%, 0,5%, 1% e 3%) de $\beta\text{-AgVO}_3$ e $\alpha\text{-Ag}_2\text{WO}_4$. Média e desvio padrão. ANOVA e Tukey ($P > 0,05$). * Corresponde à diferença estatística em relação ao controle.



4.3.4 Resistência ao impacto

Para a resistência ao impacto, os resultados obtidos por ANOVA de um fator seguido de pós-teste de Tukey, mostrou que a incorporação de 3% de β -AgVO₃ reduziu a resistência ao impacto da AP. A incorporação de β -AgVO₃ e α -Ag₂WO₄, nas concentrações avaliadas, reduziu a resistência ao impacto da TP ($P = 0.00$). A incorporação de 0.5% de β -AgVO₃ causou menor redução da resistência ao impacto da resina TP do que a incorporação de 3% de α -Ag₂WO₄ ($P = 0.008$) que apresentou menores valores de resistência ao impacto. Resultados expressos no (Gráfico 12).

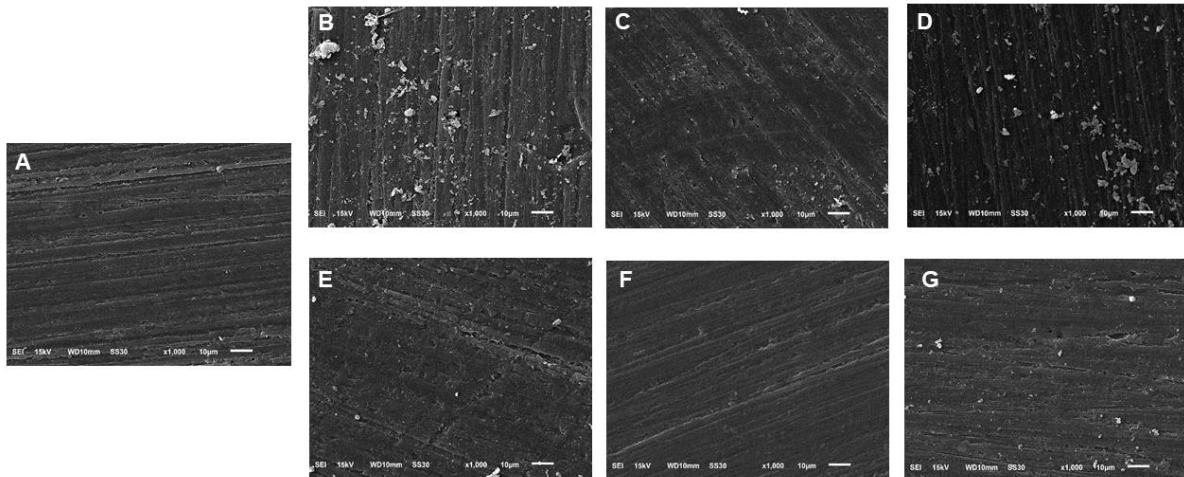
Gráfico 12. Resultado de resistência ao impacto (J/m) e desvio padrão (DP) de resinas autopolimerizáveis (AP) e termopolimerizável (TP) incorporadas com (0%, 0,5%, 1% e 3%) de β -AgVO₃ e α -Ag₂WO₄. Média e desvio padrão. ANOVA e Tukey ($P < 0,05$). * Corresponde à diferença estatística em relação ao controle. † corresponde a diferença estatística entre os grupos.



4.3.5 Microscopia eletrônica de Varredura (MEV)

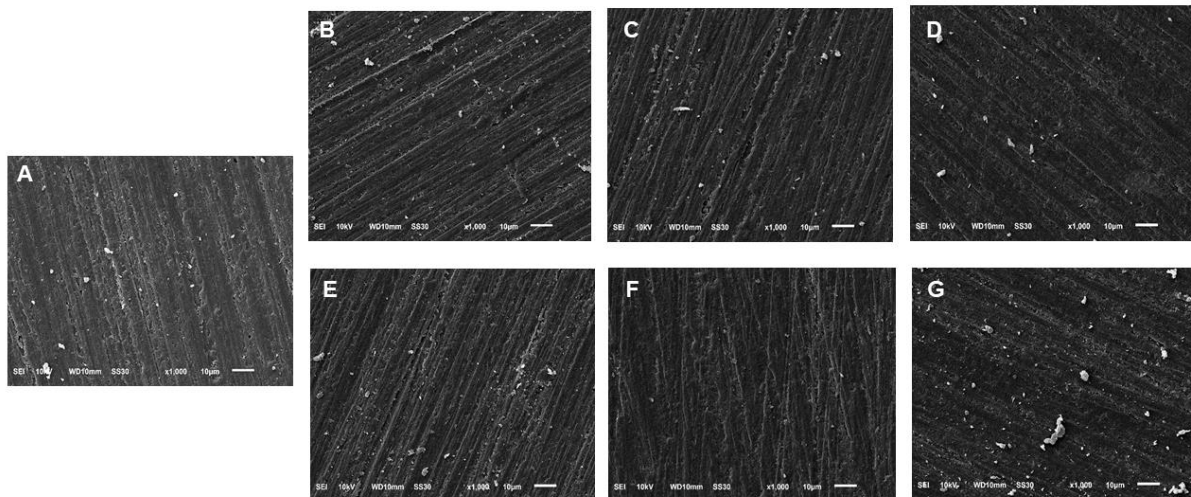
Uma análise qualitativa das imagens de MEV foi realizada, e observou-se que para resina TP (Figura 22) observou-se por MEV que a incorporação do β -AgVO₃ nas concentrações de 0.5% (Figura B), 1% (Figura C) e 3% (Figura D) promoveu maior irregularidade, poros e rugosidade na superfície do que os demais grupos analisados em aumento 1000x.

Figura 22. Imagem representativa da superfície dos espécimes de resina termopolimerizável (TP) com controle A, B 0,5%, C 1%, e D 3% β -AgVO₃ e E 0,5%, F 1%, e G 3% α -Ag₂WO₄ com ampliação de 1000x. A presença de clusters de semicondutores, irregularidades e maior rugosidade foi observada na superfície dos grupos β -AgVO₃.



Para a resina AP (Figura 23) observou-se superfícies com padrão semelhante entre 0,5% (Figura B) e 1% (Figura C) com o controle, (Figura A). O grupo 3%, (Figura D) apresentou pequena diferença na superfície em relação ao controle com poucos poros para ambos.

Figura 23. Imagem representativa da superfície dos espécimes de resina autopolimerizável (AP) com controle A, B 0,5%, C 1%, e D 3% β -AgVO₃ e F 0,5%, G 1%, e H 3% α -Ag₂WO₄ com ampliação de 1000x. A semelhança foi observada no padrão de superfície de 0,5% e 1% em comparação com o controle. Os grupos de 3% mostram clusters de semicondutores e poucos poros a mais na superfície em comparação com o controle.



4.3.6 Microanálise de raios-X (EDS)

A análise qualitativa de por EDS mostrou os elementos químicos em wt % presentes nas resinas TP e AP modificadas com β -AgVO₃ e α -Ag₂WO₄, com carbono (C) e oxigênio (O) proveniente da composição da resina, prata (Ag), vanádio (V) e tungstênio (W) dos semicondutores, com variações de wt % a depender da porcentagem incorporada, as (Figuras 24 e 25) são representativas dos resultados de EDS para as resinas TP e AP, respectivamente.

Figura 24. Imagem representativa da microanálise de raios X (EDS) para cada grupo de resina termopolimerizável (TP) e a wt% dos componentes.

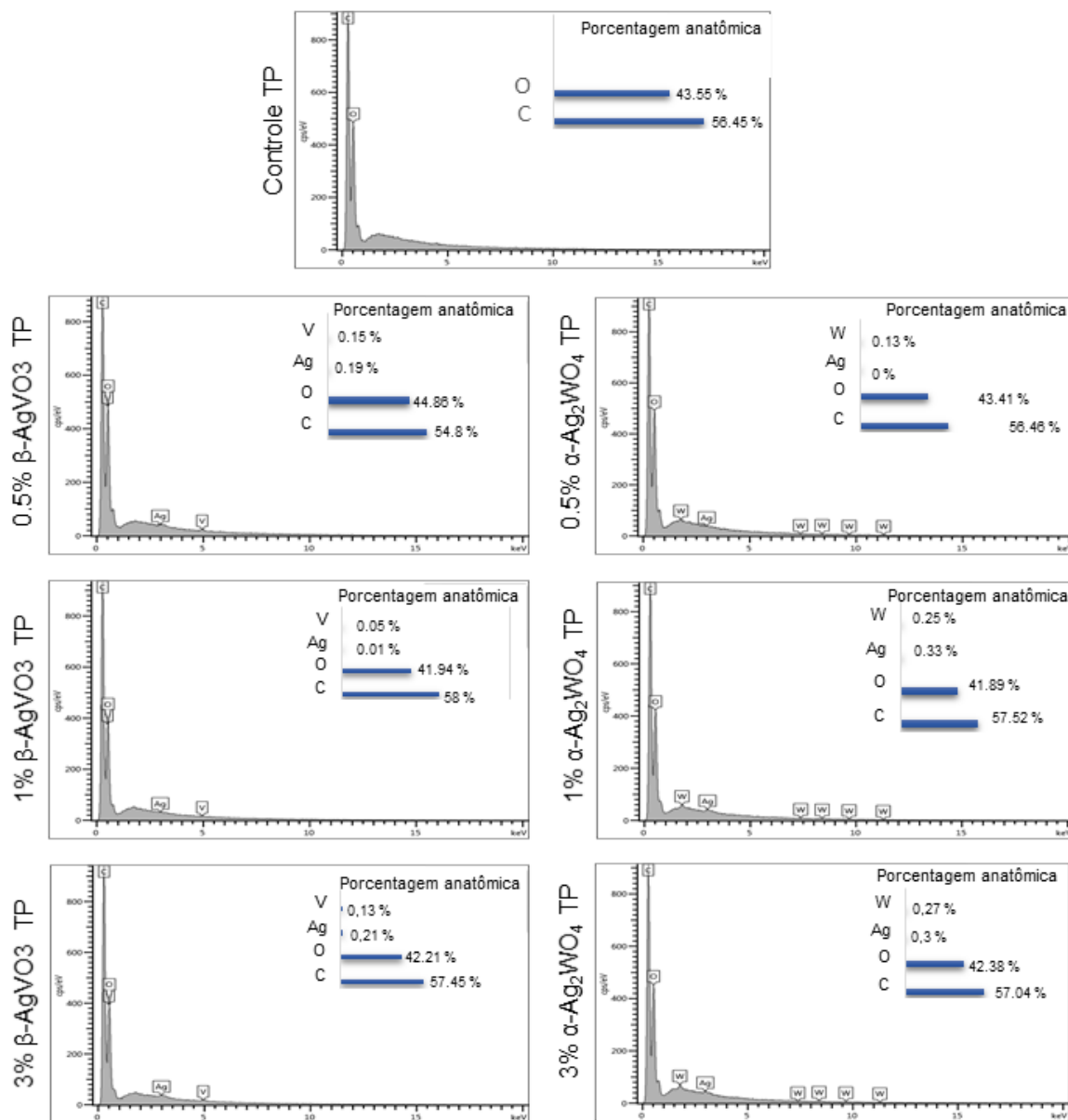
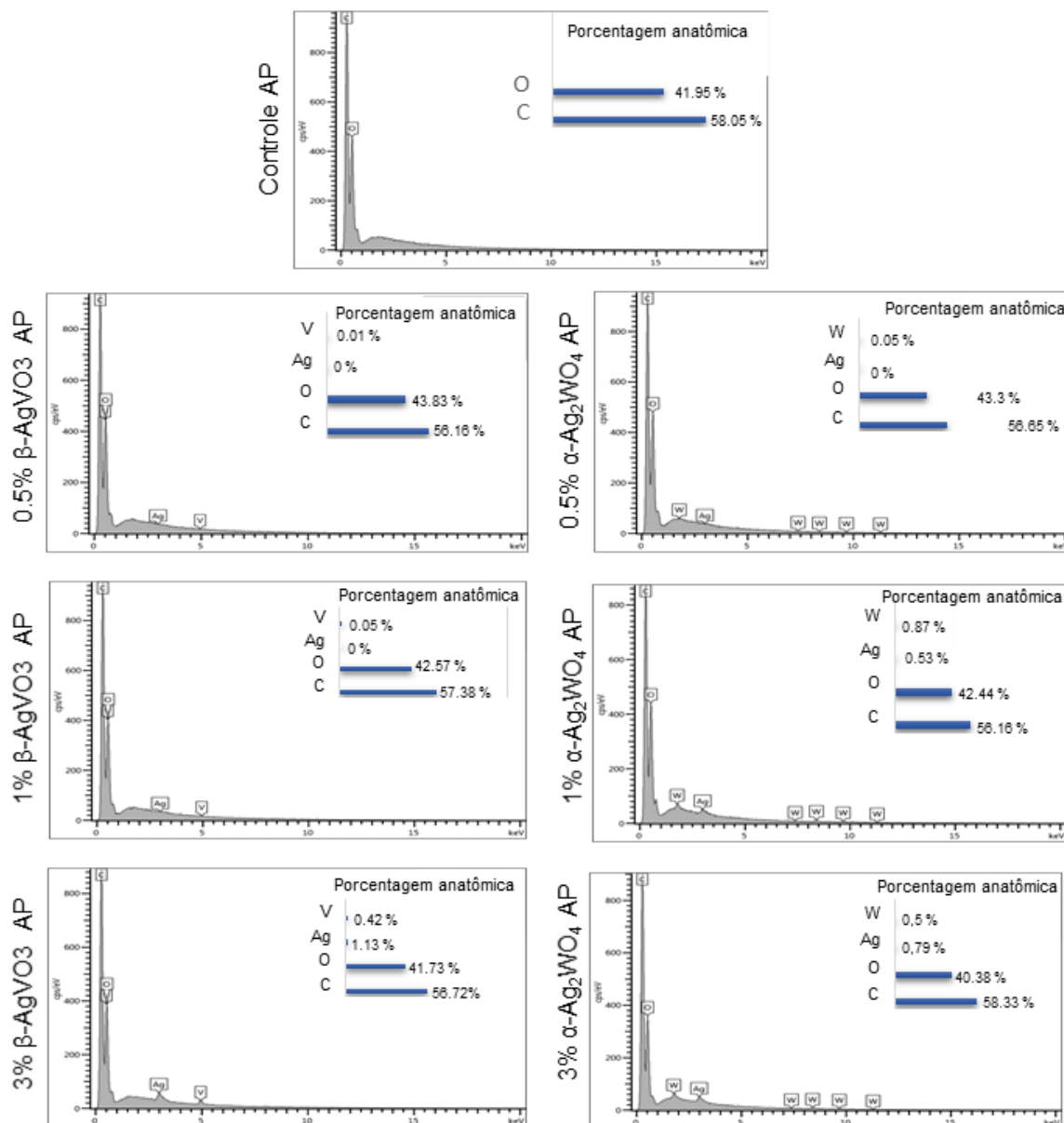


Figura 25. Imagem representativa da microanálise de raios X (EDS) para cada grupo de resina resina autopolimerizável (AP) e a wt% dos componentes.



4.3.7 Espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier (FTIR)

A análise qualitativa de FTIR mostrou que a adição das diferentes concentrações dos semicondutores nas resinas acrílicas não alterou o perfil das bandas e do comprimento de onda observado quando da análise deste material. No comprimento de onda 3270 a 3370 cm^{-1} há presença de H_2O , no de 2350 cm^{-1} indica a presença de CO_2 proveniente do ambiente, em 2850 à 2960 cm^{-1} observa-se as ligações de C-H para ambas as resinas. Os grupos com incorporação de α -Ag₂WO₄ apresentaram menor absorvância comparado aos demais grupos, o que indica menor quantidade das ligações C-H. No comprimento de onda de 550 a 670 cm^{-1} observa-se as ligações C-O (CHRYSAF et al., 2020). (Gráficos 13 e 14).

Gráfico 13. Gráfico FTIR das resinas modificado com β -AgVO₃ e α -Ag₂WO₄. O gráfico corresponde ao gráfico FTIR dos grupos correspondentes à resina autopolimerizável (AP).

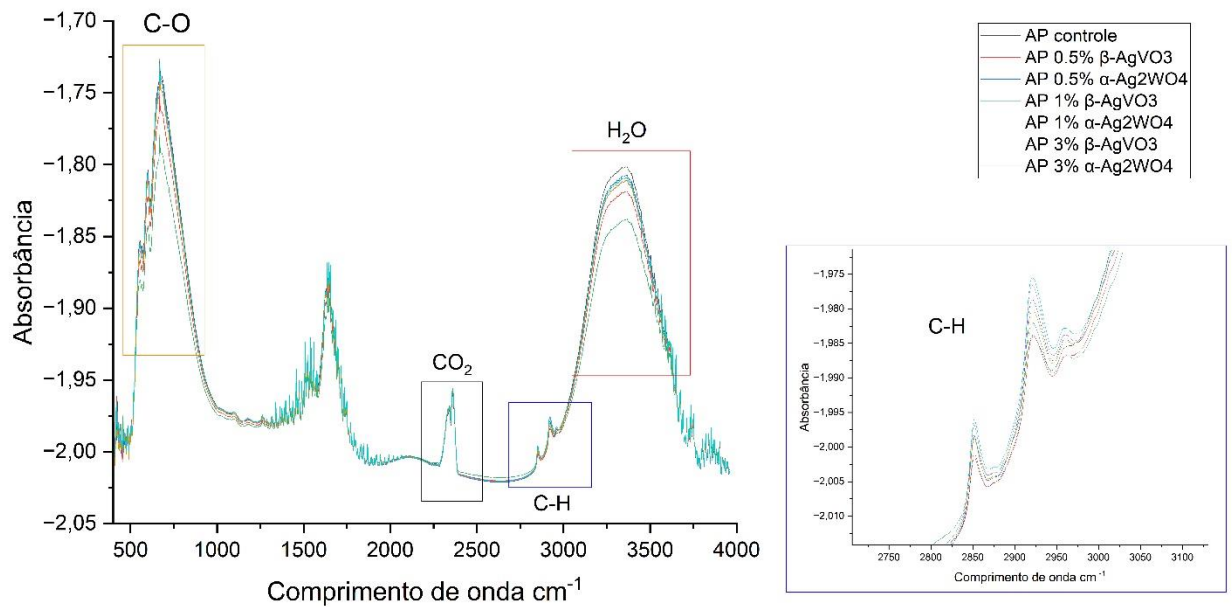
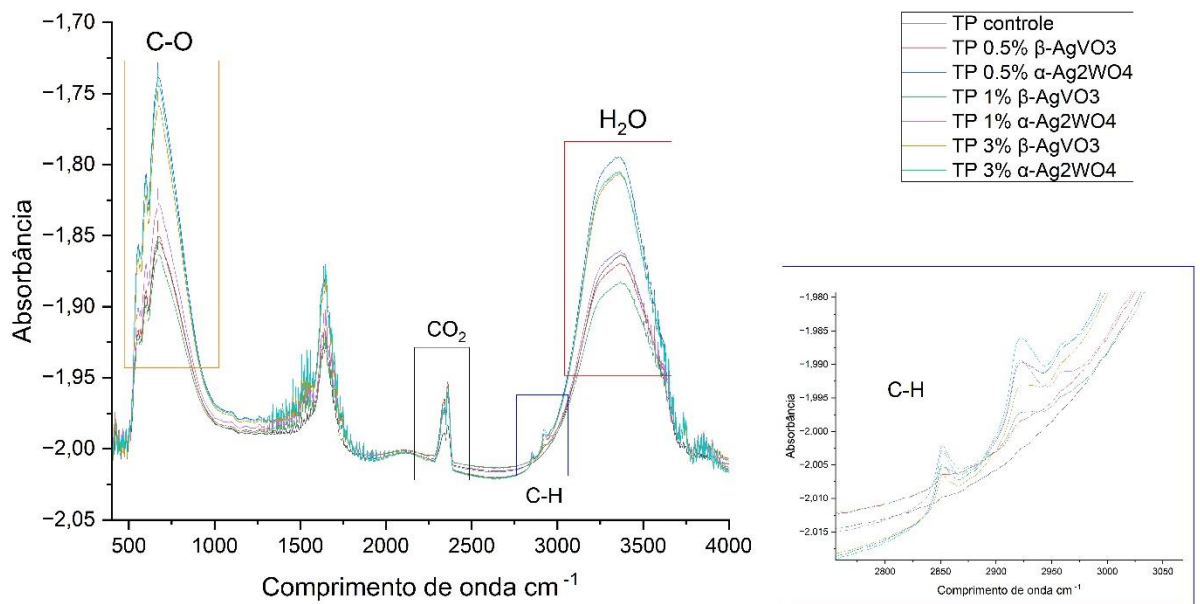


Gráfico 14. Gráfico FTIR das resinas modificadas com β -AgVO₃ e α -Ag₂WO₄. O gráfico corresponde ao gráfico FTIR dos grupos correspondentes à resina termopolimerizável (TP).



5. Discussão

5. DISCUSSÃO

Promover ação antimicrobiana com adição de semicondutores aos materiais odontológicos a fim de reduzir microrganismos sem afetar as propriedades físico químicas e mecânicas é uma estratégia para melhorar a saúde bucal por meio de materiais inovadores (AZPIROZ et al., 2012; FAN et al., 2017; KREVE et al., 2022). Neste estudo, adicionou-se β - AgVO_3 e ineditamente α - Ag_2WO_4 aos materiais odontológicos utilizados em próteses dentárias, às resinas AP e TP, com hipótese nula de que diferentes concentrações destes não teriam ação antimicrobiana e não afetariam as propriedades físico-mecânicas.

As porcentagens de 0.5%, 1% e 3% de α - Ag_2WO_4 , avaliadas nesse estudo pela metodologia aplicada não apresentou potencial antimicrobiano frente à *P. aeruginosa*, *S. mutans*, *S. aureus* e *C. albicans*, mesmo que esse semicondutor apresente CIM positiva frente aos microrganismos testados e mesmo que os estudos (ASSIS et al., 2018; CAO et al., 2020; CHÁVEZ et al., 2018; PIMENTEL et al., 2020; PIMENTEL et al., 2022) usando α - Ag_2WO_4 mostrem efetividade como reportado por Longo et al., em que a ação antimicrobiana do semicondutor frente à *S. aureus* planctônico foi dose-dependente e ocorreu por oxidação das cadeias fosfolipídicas (LONGO et al., 2014). Neste estudo, essa resistência pode ser explicada pela forma de dispersão do α - Ag_2WO_4 no polímero odontológico e pela maior tolerância dos microrganismos em biofilme aos agentes antimicrobianos (ASSIS et al., 2018; ASSIS et al., 2020; CAO et al., 2020; CHÁVEZ et al., 2018; PIMENTEL et al., 2020; PIMENTEL et al., 2022).

Nos artigos anteriores, o α - Ag_2WO_4 foi avaliado sem estar incorporado em outro material e sua ação antimicrobiana foi atribuída a microestrutura composta por micro cristais energeticamente instáveis que possibilitam a alteração das posições dos átomos de O, W e Ag^+ . Essas mudanças nas ligações Ag-O e W-O resultam na geração de radicais livres, como OH^\cdot , superóxidos (O_2^\cdot) e HO_2^\cdot , os quais promovem a ação antimicrobiana (ALVAREZ-ROCA et al., 2021; CHAVÉZ et al., 2018; NOBRE et al., 2019; PIMENTEL et al., 2022), que é potencializada pelo contato direto da superfície do α - Ag_2WO_4 com o microrganismo. A superfície deste semicondutor apresenta diferentes configurações anatômicas e propriedades elétricas que favorecem sua efetividade antimicrobiana (ALVAREZ-ROCA et al., 2021), o que explica os resultados da CIM, uma vez que o α - Ag_2WO_4 está em contato direto com os microrganismos, enquanto que na UFC/ml, a ausência de efetividade antimicrobiana pode estar relacionada a falta de exposição da superfície do semicondutor devido ao possível encapsulamento na matriz polimérica.

Neste estudo, avaliou-se a eficácia antimicrobiana da incorporação do α -Ag₂WO₄ em matriz polimérica contra *P. aeruginosa*, *S. mutans*, *S. aureus* e *C. albicans* em biofilme. Os resultados indicaram alta atividade metabólica e predominância de microrganismos vivos, mesmo na maior concentração testada (3%), devido à pequena quantidade de semicondutor superficial, encontrado nos resultados de EDS que mostram presença de 0.3 wt% para TP e 0.79 wt% para AP do agente antimicrobiano do α -Ag₂WO₄ que é a Ag⁺, significativamente diferente do β -AgVO₃ que apresenta 0.21 wt% para TP e 1.13 wt% para AP de Ag⁺, adicionado ao potencial antimicrobiano do V⁵⁺ com 0.13 wt% para TP e 0.42 wt% para AP que leva ao melhor desempenho microbiológico do β -AgVO₃ sobre o α -Ag₂WO₄ quando incorporados na resina acrílica pela metodologia aplicada neste estudo.

Os espécimes que receberam a incorporação de 3% de β -AgVO₃ mostraram efetividade antimicrobiana na redução UFC/mL de *P. aeruginosa*, *S. mutans* e *C. albicans* e ausência de redução para o *S. aureus*, esses achados são similares aos encontrados pelo ensaio MCL. As imagens obtidas por meio de MCL mostrou que o β -AgVO₃ impede a adesão das bactérias na superfície das amostras, observada pela maior quantidade de espaços vazios, e mostra efeito bactericida, quando da quantidade de células coradas em vermelho observadas na maior concentração testada para *P. aeruginosa*, *S. mutans* e *C. albicans*. Para o *S. aureus*, a adição de β -AgVO₃ não influenciou no potencial de adesão. Seu potencial bactericida foi evidenciado pela presença de maior quantidade de células mortas quando comparadas ao grupo controle, sem adição do semicondutor. A adição de α -Ag₂WO₄ analisada por meio de MCL, mostrou que esse semicondutor não reduziu a adesão dos microrganismos avaliados e não teve efeito na morte microbiana dos mesmos.

O efeito antimicrobiano do β -AgVO₃ é explicado pela liberação Ag⁺ e V⁵⁺ que interagem com grupos tiol nas enzimas do metabolismo celular dos microrganismos, desorganiza a membrana celular e impede a replicação do DNA (CAMPOS; BOTELHP; REIS,2021; CASTRO et al., 2016 A; CASTRO et al., 2016 B; HOLTZ et al., 2012). A maior efetividade antimicrobiana nesta concentração pode ser explorada nos resultados de EDS onde os grupos com 3% de β -AgVO₃ evidenciaram maior wt% de Ag na superfície das amostras comparado as demais concentrações testadas, além disso a maior rugosidade desses espécimes, evidenciada pela rugosidade e MEV aumentou a superfície de exposição do semicondutor e explica a maior ocorrência dessa reação promovendo maior morte celular e menor adesão bacteriana. Outro fator a ser considerado é a efetividade das AgNPs decoradas sobre fios de vanádio que garantem maior dispersão na superfície da amostra, menor

aglomeração da prata e conseqüentemente maior efeito antimicrobiano comparado ao α - Ag_2WO_4 .

Neste estudo, a incorporação de 3% β - AgVO_3 não apresentou redução na UFC/mL de *S. aureus*, Ahmad-Mansour explicam a resistência desse microrganismo pela produção das enzimas coagulase, hialuronidase, desoxirribonuclease e lipase que aumentam a patogenicidade e enzimas neutralizantes de antibióticos, que anulam os efeitos dos agentes antimicrobianos por meio da produção de enzimas degradativas que promovem resistência à antibióticos e o torna um microrganismo difícil de ser combatido (AHMAD-MANSOUR et al., 2021). Apesar deste estudo não mostrar a eficácia da incorporação de β - AgVO_3 frente ao *S. aureus*, em estudo anterior, a incorporação de maiores concentrações de 5% e 10% de β - AgVO_3 apresentaram redução na UFC/mL de *S. aureus*. Neste estudo abolimos estas concentrações por mostrarem que as propriedades mecânicas foram afetadas para além dos padrões clínicos aceitáveis (CASTRO et al., 2016 B).

Assim, concluiu-se nos resultados das análises microbiológicas a superioridade antimicrobiana do β - AgVO_3 sob o α - Ag_2WO_4 quando analisados por este método de incorporação, entretanto como o α - Ag_2WO_4 mostrou eficácia antimicrobiana na CIM frente a todos os microrganismos testados, sugere-se que outras formas de incorporação deste semicondutor como filmes e incorporação mecânica possam trazer novos resultados e sejam testados para incorporação em polímeros.

Quando da incorporação de antimicrobianos em resinas acrílicas, propriedades mecânicas como resistência à flexão, dureza, resistência ao impacto e rugosidade são avaliadas comparadas ao controle para determinar a porcentagem de incorporação que ofereça propriedades antimicrobianas e mecânicas. Embora tais resultados não possam ser diretamente extrapolados para o uso clínico devido a forma das amostras e as condições experimentais controladas que não se assemelham a realidade clínica, os ensaios realizados seguem as normas ISO 1567 e ISO 20795-1:2013 (AN; DING; ZHANG, 2022; CAO et al., 2018; CASTRO et al., 2016 A; TAKAMIYA et al., 2021).

Neste estudo, a resina TP acrescida de 0.5% e 3% de α - Ag_2WO_4 e a AP com 1% α - Ag_2WO_4 e 0.5% β - AgVO_3 não apresentaram atividade antimicrobiana e reduziram a resistência à flexão comparativamente ao controle, estes resultados de resistência à flexão se enquadram aos padrões indicados pela norma ISO 1567 de 65 MPa. Como esperado, os maiores valores de resistência à flexão da resina TP comparado aos da AP mostra superioridade das propriedades em função do método de obtenção das amostras. Dentro deste contexto, observamos que a adição de partículas nos dois tipos de polímero levou a redução

da resistência à flexão. Ressalta-se que artigos anteriores mostraram resultados semelhantes e esta redução pode estar relacionada com a formação de aglomerados que aumentam a fragilidade clínica do dispositivo protético por atuarem como concentradores de tensão (CAO et al., 2018; JANI et al., 2021; MENEZES et al., 2021). Takamiya et al, relataram que menores concentrações de AgNPs não causaram alterações na resistência à flexão devido à distribuição homogênea na matriz polimérica e à dissipação de forças, enquanto que o aumento da concentração para 5% inibiu as ligações poliméricas e resultou na redução da resistência à flexão (TAKAMIYA et al., 2021). Em contrapartida, An, Dig e Zhang ao incorporar um metacrilato observaram melhor resistência à flexão devido a interconexão entre co-mônômeros com a matriz polimérica que favoreceu o grau de conversão e melhor resistência (AN; DIG; ZHANG, 2022).

A adição de β -AgVO₃ e α -Ag₂WO₄ não afetou significativamente a dureza das resinas TP e AP, com exceção do grupo com 1% de α -Ag₂WO₄ na resina TP, que apresentou redução da dureza ($P=0.043$). A dispersão não homogênea das partículas pode ter promovido aglomerados que afetaram o ensaio de microdureza. Barboza et al, relataram que a incorporação de semicondutores pode afetar o grau de conversão e a polimerização da resina, e resultar na diminuição da dureza. Isso pode ser influenciado pela taxa de monômero, método de processamento e ciclo de polimerização, que também podem ter afetado os resultados deste estudo (BARBOZA et al., 2021). Rao et al, e Gad et al, observaram uma melhoria na dureza de resinas modificadas com a adição de monômeros antimicrobianos (RAO et al., 2022) e vidro bioativo (GAD et al., 2022), respectivamente. A melhoria no estudo de Rao et al, foi devido à formação de ligações cruzadas com a matriz polimérica, sem afetar a polimerização (RAO et al., 2022). A melhoria observada Gad et al, deveu-se à homogeneidade da mistura do material, que preencheu os vazios nas cadeias interpoliméricas e restringiu o movimento das partículas (GAD et al., 2022).

Para a resina TP, todos os grupos com incorporação de α -Ag₂WO₄ e β -AgVO₃ apresentaram redução da resistência ao impacto e para a AP a redução foi para o grupo 3% de β -AgVO₃, possivelmente pela não homogeneização do semicondutor na matriz polimérica. A metodologia de incorporação usada nesse estudo provavelmente levou a formação de aglomerados que concentram tensões, afetam as interações de Van Der Waals por reduzir a força de contato entre as moléculas e a interação entre dipolos elétricos, e aumentam a probabilidade de fratura (CASEMIRO et al., 2008; CASTRO et al., 2016 B; JAGER et al., 2021; JANI et al., 2021; ZAFAR 2020).

Há que se considerar que a diferença no desempenho das resinas AP e TP, incorporadas ou não com semicondutores são afetadas pelo diferente método de polimerização, o menor módulo de elasticidade da AP e a menor friabilidade da TP. Apesar da redução da resistência ao impacto das resinas incorporadas com semicondutores os resultados apresentados revelam que estas, mesmo modificadas, atendem à norma ISO 20795-1:2013 para próteses de 5 kJ/m². Isso indica que mesmo com as alterações na resistência ao impacto, a adição dos semicondutores permite uso clínico do material na cavidade bucal para tratar doenças causadas pelos microrganismos avaliados. Menezes et al, também utilizou o AgVO₃ incorporado a resinas a fim de observar seu potencial mecânico e fez para isso a silanização das partículas e revelou melhores resultados de resistência devido a modificação da carga da superfície, a hidrofobicidade e a estabilidade do material que permitiu melhor homogeneização do semiconductor na matriz polimérica (MENEZES et al., 2021; SOMANI et al., 2019), no entanto nosso objetivo foi avaliar as propriedades microbiológicas onde qualquer alteração nesses semicondutores influenciariam nesses resultados.

Acerca da rugosidade, superfícies acima de 0.2 µm favorecem à adesão de microrganismos e prejudicam a estética e conforto de próteses (CAO et al., 2018; BARBOZA et al., 2021). A adição da maior concentração de α-Ag₂WO₄ e β-AgVO₃ na resina TP e AP aumentaram a rugosidade, com valores inferiores ou próximos a 0.2 µm, o que pode estar relacionado com a formação de aglomerados provenientes dispersão não homogênea das partículas dos semicondutores na matriz polimérica, fato este inerente ao método manual de incorporação utilizado (CASTRO ET AL., 2016; TEIXEIRA et al., 2023). Outro fator que pode explicar o aumento da rugosidade é o tamanho das partículas dos semicondutores, sendo para o β-AgVO₃ de 150 nm e 25 nm (HOLTZ et al., 2010; HOLTZ e al., 2012; CASTRO et al., 2016, TEIXEIRA et al., 2023) e α-Ag₂WO₄ com tamanho médio de 0,75 µm (CAVALCANTE et al., 2012; ALVAREZ-ROCA et al., 2021) e esta diferença entre o tamanho das partículas justifica o grupo 3% de α-Ag₂WO₄ apresentar a maior rugosidade comparada aos demais grupos. Gad et al., relatam aumento da rugosidade pela adição de vidro bioativo com partícula 53 µm e conseqüente redução da reação de polimerização, aumento da quantidade de monômeros residuais (GAD et al., 2022). Ressalta-se que apesar do β-AgVO₃ adicionado em 3% apresentar maior rugosidade, esta não influenciou na atividade antimicrobiana, que é devido à ação da prata e do vanádio.

A resina AP sem semicondutores apresentou menor resistência à flexão, impacto e dureza em comparação com a resina TP, como era esperado devido ao baixo grau de polimerização e maior quantidade de monômeros residuais na resina AP. A adição de

semicondutores pode prejudicar a polimerização, interferir nas ligações monoméricas e reduzir o desempenho mecânico da resina (AZZARRI et al., 2003; CASTRO et al., 2016 B; GAD et al., 2019; GAD et al., 2022; OSKIR et al., 2018; ZAFAR 2020;).

No MEV, as amostras com adição de β -AgVO₃ exibiram maior exposição de Ag e V produzindo maior superfície de contato do semiconductor com os microrganismos o que potencializa a capacidade antimicrobiana deste, diferente do α -Ag₂WO₄ com menor exposição de Ag e W e contato com os microrganismos. Observa-se que a adição de β -AgVO₃ na TP nas concentrações avaliadas ocasionou poros e irregularidades na superfície devido à baixa dispersão das partículas do semiconductor na matriz polimérica (CASTRO et al., 2016 B; TOTU et al., 2017). Para a resina AP, 3% de β -AgVO₃ e α -Ag₂WO₄ mostraram mais poros comparados ao controle, justificado pela porosidade natural da AP, pelo baixo grau de polimerização e maior incidência de monômero residual (CASTRO et al., 2016 B).

Na análise de EDS, a incorporação de 3% β -AgVO₃, diferente das outras concentrações mostrou V⁵⁺ com 0.13 wt% e 0.42 wt% e Ag⁺ com 0.21 wt% e 1.13 wt% para TP e AP, respectivamente na superfície dos espécimes que proporcionou potencial bactericida, nas concentrações menores, os componentes ficaram raramente depositados na superfície o que levou a um baixo ou nenhum efeito antimicrobiano. Na adição de α -Ag₂WO₄, mesmo na presença de Ag com 0.3 wt% para resina TP e 0.79 wt% na resina AP na maior concentração avaliada e W, não proporcionou atividade antimicrobiana e sugere que não só a Ag promove ação antimicrobiana para o β -AgVO₃, mas também o V, que apresenta ação anticâncer, antitumor, antifúngica e antibacteriana frente a gram-positivas e gram-negativas e atua na inibição da atividade da bomba de sódio-potássio (Na/K), produção de ERO e alteração da estrutura do DNA (LIU 2022; ŚCIBIOR et al., 2020; SUN et al., 2020). Assim, diante dos achados pelo EDS podemos inferir que ação antimicrobiana superior do β -AgVO₃ relaciona-se a sinergia de ação antimicrobiana de Ag e V.

Desenvolver um revestimento, ou seja, uma fina camada depositada na superfície amostra polimérica ou dispositivos protéticos, seria uma sugestão para manter os componentes que promovem a eficácia antimicrobiana superficialmente, no entanto, (ACOSTA et al., 2022; CIERECH et al., 2016; SHAHNOHAMMADI et al., 2022; VENANTE et al., 2021) o desgaste do revestimento promovido pelo uso do dispositivo, por higienização mecânica e desinfecção química acarreta na perda do filme e redução do efeito antimicrobiano (CIERECH et al., 2016; SHAHNOHAMMADI et al., 2022; TSUTSUMI-ARAI et al., 2022). Quando a incorporação do agente antimicrobiano por todo interior do polímero há uma contínua liberação do mesmo pela exposição das pelo desgaste da superfície,

causados pela mesma higienização mecânica e desinfecção química que neste caso mantém à ação antimicrobiana.

Foi possível analisar por FTIR que a adição dos semicondutores nas resinas em comparação com o grupo controle não modificou significativamente o comprimento de onda. As bandas são semelhantes, o que demonstra a manutenção das especificidades das ligações carbônicas, como demonstrado no gráfico 5 e 6. O perfil da curva do FTIR confirma o fato das variações das propriedades mecânicas ficarem dentro dos padrões clínicos aceitáveis, e a diferença destas propriedades entre o grupo de semicondutores no caso da resistência à flexão está realmente relacionada à presença de aglomerados. Uma diferença observada foi nas ligações de C-H, com menor absorbância para os grupos com incorporação de $\alpha\text{-Ag}_2\text{WO}_4$. Este tipo de ligação química pode ser responsável pela produção de radicais livres, que iniciam reações químicas e promovem oxidação (FAZEKAS et al., 2022; HUANG et al., 2014; WANG et al., 2022), o que explica a ausência de atividade antimicrobiana, uma vez que, um dos mecanismos de ação do $\alpha\text{-Ag}_2\text{WO}_4$ é a liberação de ERO e oxidação da membrana celular bacteriana por radicais livres (ALVAREZ-ROCA et al., 2021; CHAVÉZ et al., 2018; NOBRE et al., 2019; PIMENTEL et al., 2022).

Após a realização da correlação estrutura-propriedades dos materiais por meio das análises e ensaios realizados neste estudo, observa-se que ainda que tenha se realizado diferentes testes para seleção da concentração mais apropriada para efetividade antimicrobiana, os resultados sugerem que existe uma concentração ótima para a manutenção das propriedades mecânicas o que, diferente do esperado, não necessariamente é a menor concentração de semicondutor no polímero. Maiores investigações acerca das interações químicas devem ser realizadas para compreensão da formação de grupos funcionais e do efeito do mecanismo de ação destes sobre as diferentes classes de microrganismos patogênicos que afetam a saúde humana por meio de dispositivos orais. O objetivo deste estudo foi desenvolver materiais odontológicos que promovam sucesso na odontologia no que tange a concentrações e métodos de incorporação ideais para conquista de efetividade mecânica e antimicrobiana. Este estudo também evidencia que uma sugestão para aproveitamento da efetividade antimicrobiana do $\alpha\text{-Ag}_2\text{WO}_4$ seja a realização de revestimento que aumente a concentração e liberação superficial de Ag^+ e W^+ o que poderá sanar a grande desvantagem do $\beta\text{-AgVO}_3$ que embora presente, neste estudo, resultados superiores ao $\alpha\text{-Ag}_2\text{WO}_4$ tem a desvantagem de alteração de cor para dispositivos protéticos bucais e grande prejuízo para a estética.

Desde o início dos estudos que utilizaram o β -AgVO₃ busca-se uma solução para a alteração de cor deste produto com ação antimicrobiana e estética satisfatória aos pacientes. A união de físicos (Luciano Bachmann), químicos (Marco Antônio Schiavon), engenheiros (José Augusto Marcondes Agnelli) e odontólogos propuseram mudanças estruturais que pudessem alterar a cor, entretanto estas, considerando a adição de sílica mesoporosa em estudos paralelos, não evidenciaram a efetividade antimicrobiana requerida para uso médico-odontológico. Como solução a essa alteração de cor o α -Ag₂WO₄, material de coloração branca, embora demonstrado por caracterização microestrutural não ser de tamanho nano (0,75 μ m α -Ag₂WO₄ x 20 nm β -AgVO₃) foi proposto nesse estudo. Entretanto, além de não evidenciar efetividade antimicrobiana como o β -AgVO₃, não mostraram alteração aceitável da cor (Figuras 5 e 6), considerando o método de incorporação proposto

6. Conclusão

6. CONCLUSÃO

Com base nos resultados obtidos pôde-se inferir que:

- Ambos os semicondutores apresentaram CIM frente à *C. albicans*, *S. mutans*, *S. aureus* e *P. aeruginosa*;
- A incorporação do semicondutor $\alpha\text{-Ag}_2\text{WO}_4$ em resina acrílica odontológica influenciou sua capacidade fungicida e bactericida, uma vez que não apresentou efetividade antimicrobiana nas concentrações avaliadas para *C. albicans*, *S. mutans*, *S. aureus* e *P. aeruginosa* devido ao encapsulamento do material na matriz polimérica;
- Para aproveitamento da efetividade antimicrobiana do $\alpha\text{-Ag}_2\text{WO}_4$, sugere-se a realização de revestimento para aumentar a concentração e liberação superficial de Ag^+ e W^+ ;
- O $\beta\text{-AgVO}_3$ na maior concentração (3%) apresentou eficácia frente à *C. albicans*, *S. mutans* e *P. aeruginosa*;
- As propriedades físico-mecânicas das resinas acrílicas foram alteradas com a adição de ambos os semicondutores na maior concentração, porém de acordo com os padrões e exigências para aplicação clínica.

Referências Bibliográficas¹

¹ De acordo com a Associação de Normas Técnicas. ABNT NBR 6023: Informações e documentação: referências: elaboração. Rio de Janeiro, 2002.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ACOSTA, Leonardo D; PÉREZ-CAMACHO, Odilia; ACOSTA, Ricardo; ESCOBAR, Diana M; GALLARDO, Carlos A; SÁNCHEZ-VARGAS, Luis O. Reduction of *Candida albicans* biofilm formation by coating polymethyl methacrylate denture bases with a photopolymerized film. **Journal of Prosthetic Dentistry**. v. 124, n. 5, p. 605-613, 2020. DOI: 10.1016/j.prosdent.2019.08.003.

AHMAD-MANSOUR, Nour; LOUBET, Paul; POUGET, Cassandra; DUNYACH-REMY, CATHERINE; SOTTO, Albert; LAVIGNE, Jean-Philippe; MOLLE, Virginie. Staphylococcus aureus Toxins: An Update on Their Pathogenic Properties and Potential Treatments. **Toxins (Basel)**. v. 13, n. 10, p. 677, 2021. DOI: 10.3390/toxins13100677.

ALVAREZ-ROCA, Roman et al. Selective Synthesis of α -, β -, and γ -Ag₂WO₄ Polymorphs: Promising Platforms for Photocatalytic and Antibacterial Materials. **Inorganic Chemistry, [S. l.]**, v. 60, n. 2, p. 1062–1079, 2021. DOI: 10.1021/acs.inorgchem.0c03186.

AN, Jiali; DING, Ning; ZHANG, Zutai. Mechanical and antibacterial properties of polymethyl methacrylate modified with zinc dimethacrylate. **Journal of Prosthetic Dentistry**. v. 128, n. 1, p. 100.e1-100.e8, 2022. DOI: 10.1016/j.prosdent.2022.04.029.

AN, Steve; EVANS, Jane L; HAMLET, Stephen; LOVE, Robert M. Overview of incorporation of inorganic antimicrobial materials in denture base resin: A scoping review. **Journal of Prosthetic Dentistry**. v. 21, p. 00492-3, 2021. DOI: 10.1016/j.prosdent.2021.09.004.

ASSIS, Marcelo et al. Towards the scale-up of the formation of nanoparticles on α -Ag₂WO₄ with bactericidal properties by femtosecond laser irradiation. **Scientific Reports, [S. l.]**, v. 8, n. 1, p. 1–11, 2018. DOI: 10.1038/s41598-018-19270-9.

ASSIS, Marcelo; PONTES RIBEIRO, Renan Augusto; CARVALHO, Maria Helena; TEIXEIRA, Mayara Mondego; GOBATO, Yara Galvão; PRANDO, Gabriela Augusta; MENDONÇA, Cleber Renato; DE BONI, Leonardo; APARECIDO DE OLIVEIRA, Adilson Jesus; BETTINI, Jefferson; ANDRÉS, Juan; LONGO, Elson. Unconventional Magnetization Generated from Electron Beam and Femtosecond Irradiation on α -Ag₂WO₄: A Quantum Chemical Investigation. **ACS Omega**. v.5, n. 17, p. 10052-10067, 2020. DOI: 10.1021/acsomega.0c00542.

AZPIROZ, Jon M; INFANTE, Ivan; LOPEZ, Xabier; UGALDE, Jesus M; DE ANGELIS Filippo. A first-principles study of II–VI (II = Zn; VI = O, S, Se, Te) semiconductor nanostructures†. **Journal of Materials Chemistry**. v. 22, p. 21453-21465, 2012. DOI: 10.1039/C2JM33744D.

AZZARRI, MJ; CORTIZO, MS; ALESSANDRINI, JL. Effect of the curing conditions on the properties of an acrylic denture base resin microwave-polymerised. **Journal of Dentistry**. v. 31, p. 463-8, 2003. DOI: [10.1016/s0300-5712\(03\)00090-3](https://doi.org/10.1016/s0300-5712(03)00090-3)

BAJUNAID, Salwa O; BARAS, Bashayer H; BALHADDAD, Abdulrahman A; WEIR, Michel D; XU Hockin H K. Antibiofilm and Protein-Repellent Polymethylmethacrylate

Denture Base Acrylic Resin for Treatment of Denture Stomatitis. **Materials (Basel)**. v. 14, n. 5, p. 1067, 2021. DOI: 10.3390/ma14051067.

BAJUNAID, Salwa O; BARAS, Bashayer H; WEIR, Michel D; XU, Hockin H K. Denture Acrylic Resin Material with Antibacterial and Protein-Repelling Properties for the Prevention of Denture Stomatitis. **Polymers (Basel)**. v. 14, n. 2, p. 230, 2022. DOI: 10.3390/polym14020230.

BANGERA, Madhu Keshava; KOTIAN, Ravindra; MADHYASTHA, Prashanthi. Effects of silver nanoparticle-based antimicrobial formulations on the properties of denture polymer: A systematic review and meta-analysis of in vitro studies. **Journal of Prosthetic Dentistry**. v. 129, n. 2, p. 310-321, 2021. DOI: 10.1016/j.prosdent.2021.05.011.

BAPAT, Ranjeet A; CHAUBAL, Tanay V; JOSHI, Chaitanya P; BAPAT, Prachi R; CHOUDHURY, Hira; PANDEY, Manisha; GORAIN, Bapi; KESHARWANI, Prashant. An overview of application of silver nanoparticles for biomaterials in dentistry. **Materials Science & Engineering C-Materials for Biological Applications**. v. 91, p. 881-898, 2018. DOI: 10.1016/j.msec.2018.05.069.

BARBOZA, Andressa da Silva; FANG, Laura K; RIBEIRO, Juliana S; CUEVAS-SUÁREZ, Carlos E; MORAES, Rafael R; LUND, Rafael G. Physicomechanical, optical, and antifungal properties of polymethyl methacrylate modified with metal methacrylate monomers. **Journal of Prosthetic Dentistry**. v. 125, n. 4, p.706.e1-706.e6, 2021. DOI: 10.1016/j.prosdent.2020.12.039.

CHÁVEZ, Natali Lisette Haro; DE AVILA, Erica Doriatti; BARBUGLI, Paula Aboud; DE OLIVEIRA, Regiane Cristina; DE FOGGI, Camila Cristina; LONGO, Elson; VERGANI, Carlos Eduardo. Promising effects of silver tungstate microcrystals on fibroblast human cells and three dimensional collagen matrix models: A novel non-cytotoxic material to fight oral disease. **Colloids and Surfaces, B Biointerfaces**. v. 1, p. 170:505-513, 2018. DOI: 10.1016/j.colsurfb.2018.06.023.

CAMPOS, Murilo Rodrigues; BOTELHO, André Luis; DOS REIS, Andréa Cândido. Nanostructured silver vanadate decorated with silver particles and their applicability in dental materials: A scope review. **Heliyon**. v. 7, n. 6, p. e07168, 2021. DOI: 10.1016/j.heliyon.2021.e07168.

CAO, Li; XIE, Xianju; WANG, Bo; WEIR, Michel D; OATES, Thomas W; XU, Hockin HK; ZHANG, Ning; BAI, Yuxing. Protein-repellent and antibacterial effects of a novel polymethyl methacrylate resin. **Journal of Dentistry**. v. 79, p.39-45, 2018. DOI: 10.1016/j.jdent.2018.09.007.

CAO, Yuxue; NASERI, Mahdi; HE, Yan; XU, Chun; WALSH, Laurence J; ZIORA, Zyta M. Non-antibiotic antimicrobial agents to combat biofilm-forming bacteria. **Journal of Global Antimicrobial Resistance**. v. 21, p. 445-451, 2020. DOI: 10.1016/j.jgar.2019.11.012.

CASEMIRO, Luciana Assirati; MARTINS, Carlos Henrique Gomes; PIRES-DE-SOUZA, Fernanda de Carvalho Panzeri; PANZERI, Heitor. Antimicrobial and mechanical properties of acrylic resins with incorporated silver-zinc zeolite - Part I. **Gerodontology**. v. 25, n. 3, p. 187-94, 2008. DOI: 10.1111/j.1741-2358.2007.00198.x

CASTRO, Denise Tornavoi De; HOLTZ, Raphael Dias; ALVES, Oswaldo Luiz; WATANABE, Evandro; VALENTE, Mariana Lima de Costa; SILVA, Cláudia Helena Lovato Da; REIS, Andréa Cândido Dos. Development of a novel resin with antimicrobial properties for dental application. **Journal of Applied Oral Science**, [S. l.], v. 22, n. 5, p. 442–449, 2014. DOI: 10.1590/1678-775720130539.

CASTRO, Denise Tornavoi De; VALENTE, Mariana Lima; DA SILVA, Cláudia Helena; Watanabe, Evandro; SIQUEIRA, Renato L; SCHIAVON, Marco Antônio; ALVES, Oswaldo Luiz; REIS, Andréa Cândido. Evaluation of antibiofilm and mechanical properties of new nanocomposites based on acrylic resins and silver vanadate nanoparticles. **Archives Oral Biology**. v. 67, p.46-53, 2016. DOI: 10.1016/j.archoralbio.2016.03.002. Epub 2016 Mar 16. PMID: 27023401.

CASTRO, Denise Tornavoi; VALENTE, Mariana Lima; AGNELLI, José Augusto; LOVATO DA SILVA, Cláudia Helena; WATANABE, Evandro; SIQUEIRA, Renato L; ALVES, Oswaldo L; HOLTZ, Raphael D; DOS REIS, Andréa Cândido. In vitro study of the antibacterial properties and impact strength of dental acrylic resins modified with a nanomaterial. **Journal of Prosthetic Dentistry**. v. 115, n. 2, p.238-46, 2016. DOI: 10.1016/j.prosdent.2015.09.003.

CASTRO, Denise Tornavoi; KREVE, Simone; OLIVEIRA, Viviane Cássia; ALVES, Oswaldo Luiz; DOS REIS, Andréa Cândido. Development of an Impression Material with Antimicrobial Properties for Dental Application. **Journal of Prosthodontics**. v. 28, n. 8, p. 906-912, 2019. DOI: 10.1111/jopr.13100.

CASTRO, Denise Tornavoi; TEIXEIRA, Ana Beatriz Vilela; DO NASCIMENTO, Cássio; ALVES, Oswaldo Luiz; DE SOUZA SANTOS Emerson; AGNELLI, José Augusto Marcondes; DOS REIS, Andréa Cândido. Comparison of oral microbiome profile of polymers modified with silver and vanadium base nanomaterial by next-generation sequencing. **Odontology**. v. 109, n. 3, p. 605-614, 2021. DOI: 10.1007/s10266-020-00582-0.

CAVALCANTE, LS; ALMEIDA, MA; AVANSI, W Jr; TRANQUILIN, RL; LONGO, E; BATISTA, NC; MASTELARO, VR; LI, MS. Cluster coordination and photoluminescence properties of α -Ag₂WO₄ microcrystals. **Inorganic Chemistry**. v. 51, n. 20, p. 10675-87, 2012. DOI: 10.1021/ic300948n.

CIERECH, Mariusz; KOLENDA, Adam; GRUDNIAK, Anna M; WOJNAROWICZ, Jacek; WOŹNIAK, Bartosz; GOŁAŚ, Marlena; SWOBODA-KOPEĆ, Ewa; ŁOJKOWSKI, Witold; MIERZWIŃSKA-NASTALSKA, Elżbieta. Significance of polymethylmethacrylate (PMMA) modification by zinc oxide nanoparticles for fungal biofilm formation. **International Journal of Pharmaceutics**. v. 510, n.1, p.323-35, 2016. DOI: 10.1016/j.ijpharm.2016.06.052.

DE CASTRO, Denise Tornavoi; DO NASCIMENTO, Cássio; ALVES, Oswaldo Luiz; DE SOUZA SANTOS, Emerson; AGNELLI, José Augusto Marcondes; DOS REIS, Andréa Cândido. Analysis of the oral microbiome on the surface of modified dental polymers. **Archives of Oral Biology**. v. 93, p. 107–114, 2018. DOI: 10.1016/j.archoralbio.2018.06.005.

FAN, Jin-Xuan; LIU, Miao-Deng; LI, Chu-Xin; HONG, Sheng; ZHENG, Di-Wei; LIU, Xin-Hua; CHEN, Si; CHENG, Hong; ZHANG, Xian-Zheng. A metal-semiconductor nanocomposite as an efficient oxygen-independent photosensitizer for photodynamic tumor therapy. **Nanoscale Horiz**. v. 2, n. 6, p. 349-355, 2017. DOI: 10.1039/c7nh00087a.

FAZEKAS, TJ; ALTY, JW; NEIDHART, EK; MILLER, AS; LEIBFARTH, FA; ALEXANIAN EJ. Diversification of aliphatic C-H bonds in small molecules and polyolefins through radical chain transfer. *Science*. v.375, n. 6580, p.545-550, 2022. DOI: 10.1126/science.abh4308.

FERREIRA, Izabela; VIDAL, Carla Larissa; BOTELHO, André Luís; FERREIRA, Paulo Sérgio; VALENTE, Mariana Lima da Costa; SCHIAVON, Marco Antonio; ALVES, Oswaldo Luiz; DOS REIS, Andréa Cândido. Effect of nanomaterial incorporation on the mechanical and microbiological properties of dental porcelain. **Journal of Prosthetic Dentistry**, [S. l.], v. 123, n. 3, p. 529.e1-529.e5, 2020. DOI: 10.1016/j.prosdent.2019.10.012.

FIGUERÔA, Rosana Marques Silva; CONTERNO, Bruna; ARRAIS, César Augusto Galvão; SUGIO, Carolina Yoshi Campos; URBAN, Vanessa Migliorini; NEPELENBROEK, Karin Hermana. Porosity, water sorption and solubility of denture base acrylic resins polymerized conventionally or in microwave. **Jornal of Applied Oral Science**. v. 26, p. e20170383, 2018. DOI 10.1590/1678-7757-2017-0383.

FURTADO, Lindsay M; BUNDSCHUH, Mirco; METCALFE, Chris D. Monitoring the Fate and Transformation of Silver Nanoparticles in Natural Waters. **Bulletin of Environmental Contamination and Toxicology**. v. 97, n. 4, p. 449-55, 2016. DOI: 10.1007/s00128-016-1888-2.

GAD, Mohammed Moustafa; FOUDA, Shaimaa Mohamed; ARREJAIE, Aws S; AL-THOBITY, Ahmad M. Comparative Effect of Different Polymerization Techniques on the Flexural and Surface Properties of Acrylic Denture Bases. **Journal of Prosthodontics**.v. 28, p. 458-465, 2019. DOI: 10.1111/jopr.12605

GAD, Mohammed Moustafa; FOUDA, Shaimaa Mohamed. Current perspectives and the future of Candida albicans-associated denture stomatitis treatment. **Dental and Medical Problems**. v. 57, n. 1, p. 95-102, 2020. DOI: 10.17219/dmp/112861.

GAD, Mohammed Moustafa; ABU-RASHID, Khalid; ALKHALDI, Adel; ALSHEHRI, Omar; KHAN, Soban Q. Evaluation of the effectiveness of bioactive glass fillers against Candida albicans adhesion to PMMA denture base materials: An in vitro study. **Saudi Dental Journal**. v. 34, n. 8, p. 730-737, 2022. DOI: 10.1016/j.sdentj.2022.10.002.

GARCIA, Amanda Aparecida Maia Neves; SUGIO, Carolina Yoshi Campos; DE AZEVEDO-SILVA, Luas José; GOMES, Anna Clara Gurgel; BATISTA, André Ulisses Dantas; PORTO, Vinicius Carvalho; SOARES, Simone; NEPELENBROEK, Karin Hermana. Nanoparticle-modified PMMA to prevent denture stomatitis: a systematic review. **Archives of Microbiology**. v. 204, n. 1, p. 75, 2021. DOI: 10.1007/s00203-021-02653-4.

HOLTZ, R D; SOUZA FILHO, A. G.; BROCCCHI, M.; MARTINS, D.; DURÁN, N.; ALVES, O. L. Development of nanostructured silver vanadates decorated with silver nanoparticles as a novel antibacterial agent. **Nanotechnology**. v. 21, n. 18, 2010. DOI: 10.1088/0957-4484/21/18/185102.

HOLTZ, Raphael D.; LIMA, Bruna A.; SOUZA FILHO, Antônio G.; BROCCCHI, Marcelo; ALVES, Oswaldo L. Nanostructured silver vanadate as a promising antibacterial additive to water-based paints. **Nanomedicine: Nanotechnology, Biology, and Medicine**, [S. l.], v. 8, n. 6, p. 935–940, 2012. DOI: 10.1016/j.nano.2011.11.012.

HUANG, Z; WU, Z; YANG, P; YANG, W. Chemoselective phototransformation of C-H bonds on a polymer surface through a photoinduced cerium recycling redox reaction. *Chemistry (Weinheim an der Bergstrasse, Germany)*. v. 20, n.36, p. 11421–11427, 2014. DOI: [10.1002/chem.201402786](https://doi.org/10.1002/chem.201402786).

JAGER, Niek; MÜNKER, Tijmen JAG; GUILARDI, Luis F; JANSEN, Victor J; SPORTEL, Yvon GE; KLEVERLAAN, Cornelis J. The relation between impact strength and flexural strength of dental materials. ***Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials***. v. 122, p. 104658, 2021. DOI: [10.1016/j.jmbbm.2021.104658](https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2021.104658).

JANI, Ghasak H; MOHIALDEEN, Hasan K; ALHEETI, Osama R. Antibacterial and mechanical performance of nano selenium reinforced acrylic denture base. ***Pakistan Journal of Medical and Health Science***. v. 15, n. 1, p. 320–4, 2021.

KREVE, Simone; OLIVEIRA, Viviane C.; BACHMANN, Luciano; ALVES, Oswaldo L.; REIS, Andréa C. Do. Influence of AgVO₃ incorporation on antimicrobial properties, hardness, roughness and adhesion of a soft denture liner. ***Scientific Reports***, [S. l.], v. 9, n. 1, p. 1–9, 2019. DOI: [10.1038/s41598-019-48228-8](https://doi.org/10.1038/s41598-019-48228-8).

KREVE, Simone; BOTELHO, André Luis; LIMA DA COSTA VALENTE, Mariana; BACHMANN, Luciano; SCHIAVON, Marco Antônio; DOS REIS, Andréa Cândido. Incorporation of a β -AgVO₃ Semiconductor in Resin Cement: Evaluation of Mechanical Properties and Antibacterial Efficacy. ***Journal of Adhesive Dentistry***. v. 24, n. 1, p. 155-164, 2022. DOI: [10.3290/j.jad.b2916423](https://doi.org/10.3290/j.jad.b2916423).

LEE, Seoyoung; SABBAAH, Wael. Association between number of teeth, use of dentures and musculoskeletal frailty among older adults. ***Geriatrics & Gerontology International***. v. 18, n. 4, p. 592-598, 2018. DOI: [10.1111/ggi.13220](https://doi.org/10.1111/ggi.13220).

LIU Cheng. Synthesis, Characterization, X-Ray Crystal Structures and Antibacterial Activity of Zinc(II) and Vanadium(V) Complexes Derived from 5-Bromo-2-((2-(methylamino)ethylimino)methyl)phenol. ***Acta Chimica Slovenica***. v. 69, n. 1, p. 157-166, 2022. DOI: [10.17344/acsi.2021.7167](https://doi.org/10.17344/acsi.2021.7167).

LONGO, Valéria M, DE FOGGI, Camila C; FERRER, Mateus M; GOUVEIA, Amanda F; ANDRÉ, Rafaela S; AVANSI, Waldir; VERGANI, Carlos E; MACHADO, Ana L; ANDRÉS, Juan; CAVALCANTE, Laécio S; HERNANDES, Antonio C; LONGO, Elson. Potentiated electron transference in α -Ag₂WO₄ microcrystals with Ag nanofilaments as microbial agent. ***The Journal of Physical Chemistry A***. v. 7, issue. 118, n. 31, p.5769-78, 2014. DOI: [10.1021/jp410564p](https://doi.org/10.1021/jp410564p). Epub 2014 Mar 5. PMID: 24547941.

MENEZES, Beatriz Rossi Canuto; SAMPAIO, Aline da Graça; DA SILVA, Diego Moraes; MONTANHEIRO, Thais Larissa do Amaral; KOGA-ITO, Cristiane Yumi; THIM, Gilmar Patrocínio. AgVO₃ nanorods silanized with γ -MPS: An alternative for effective dispersion of AgVO₃ in dental acrylic resins improving the mechanical properties. ***Applied Surface Science***. v. 543, p. 148830, 2021. DOI: [10.1016/j.apsusc.2020.148830](https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2020.148830)

NOBRE, Francisco Xavier; BASTOS, Ivanildes Santos; DOS SANTOS FONTENELLE, Raquel Oliveira; JÚNIOR, Edgar Alves Aaraújo; TAKENO, Mitsuo Lopes; MANZATO, Lizandro; DE MATOS, José Milton Elias; ORLANDI, Patricia Puccineli; DE FÁTIMA SOUZA MENDES, Josilayne; BRITO, Walter Ricardo; DA COSTA COUCEIRO, Paulo

Rogério. Antimicrobial properties of α -Ag₂WO₄ rod-like microcrystals synthesized by sonochemistry and sonochemistry followed by hydrothermal conventional method. **Ultrasonics Sonochemistry**. v. 58, p.104620, 2019. DOI: 10.1016/j.ultsonch.2019.104620.

OLISCOVICZ, Natália Ferraz; DE CASTRO, Denise Tornavoi; VALENTE, Mariana Lima Da Costa; WATANABE, Evandro; LEPRI, César Penozzo, DOS REIS, Andréa Cândido. Surface treatment of implant materials with antimicrobial nanoparticulates. **General Dentistry**. v. 66, n. 1, p. 66-73, 2018.

OZKIR, Serhat Emre; YILMAZ, Burak; UNAL, Server Mutluay; CULHAOGLU, Ahmet; KURKCUOGLU, Isin. Effect of heat polymerization conditions and microwave on the flexural strength of polymethyl methacrylate. **European Journal of Dentistry**. v. 12, p. 116-119, 2018. DOI: 10.4103/ejd.ejd_199_17

PANTEA, Mihaela; TANCU, Ana Maria Cristina; PETRE, Alexandru; IMRE, Marina; IONESCU, Ecaterina. Elderly Patients' Perception of Previewing the Prosthetic Treatment Outcome. **Journal of medicine and life**, [S. l.], v. 13, n. 1, p. 82–86, 2020. DOI: 10.25122/jml-2019-0125.

PIMENTEL, Bruna Natalia Alves da Silva; DE FOGGI, Camila Cristina; BARBUGLI, Paula Aboud; DE OLIVEIRA, Regiane Cristina; DE AVILA, Erica Dorigatti; LONGO, Elson; VERGANI, Carlos Eduardo. Antifungal activity and biocompatibility of α -AgVO₃ microcrystals: A promising material against oral Candida disease. **Materials Science & Engineering C, Materials for Biological Applications**. v. 108, p. 110405, 2020. DOI: 10.1016/j.msec.2019.110405.

PIMENTEL, Bruna Natalia Alves da Silva; MARIN-DETT, Freddy Humberto; ASSIS, Marcelo; BARBUGLI, Paula Aboud; LONGO, Elson; VERGANI, Carlos Eduardo. Antifungal Activity and Biocompatibility of α -AgVO₃, α -Ag₂WO₄, and β -Ag₂MoO₄ Using a Three-Dimensional Coculture Model of the Oral Mucosa. **Frontiers in Bioengineering and Biotechnology**. v. 14, n. 10, p. 826123, 2022. DOI: 10.3389/fbioe.2022.826123.

RAO, Sowmya; BT, Nandish; PREMAN, Namitha K; JOHNSON, Renjith P; GINJUPALLI, Kishore; P, Preethishree; PRABHU, Ashwini; DAS, Ranajit; K, Jayaprakash; PAI, Vidya. Synthesis, characterization, and evaluation of quaternary ammonium-based polymerizable antimicrobial monomers for prosthodontic applications. **Heliyon**. v. 8, n. 8, p. e10374, 2022. DOI: 10.1016/j.heliyon.2022.e10374.

ŚCIBIOR, Agnieszka; PIETRZYK, Łukasz; PLEWA, Zbigniew; SKIBA, Andrzej. Vanadium: Risks and possible benefits in the light of a comprehensive overview of its pharmacotoxicological mechanisms and multi-applications with a summary of further research trends. **Journal of Trace Elements in Medicine and Biology**. v. 61, p. 126508, 2020. DOI: 10.1016/j.jtemb.2020.126508.

SIVAKUMAR, Indumathi; ARUNACHALAM, Kuthalingam Subbiah; SAJJAN, Suresh; RAMARAJU, Alluri Venkata; RAO, Bheemalingeshwara; KAMARAJ, Bindu. Incorporation of antimicrobial macromolecules in acrylic denture base resins: A research composition and update. **Journal of Prosthodontics**, [S. l.], v. 23, n. 4, p. 284–290, 2014. DOI: 10.1111/jopr.12105.

SHAHMOHAMMADI, Mina; NAGAY, Bruna Egumi; BARÃO, Valentim AR; SUKOTJO, Cortino; JURSIK, Gregory; TAKOUDIS, Christos G. Atomic layer deposition of TiO₂, ZrO₂ and TiO₂/ZrO₂ mixed oxide nanofilms on PMMA for enhanced biomaterial functionalization. **Applied Surface Science**. v. 578, p. 151891, 2022. DOI: 10.1016/j.apsusc.2021.151891.

SOMANI, Manali Vipul; KHANDELWAL, Meenakshi; PUNIA, Vikas; SHARMA, Vivek. The effect of incorporating various reinforcement materials on flexural strength and impact strength of polymethylmethacrylate: A meta-analysis. **Journal of Indian Prosthodontics Society**. v. 19, n. 2, p. 101-112, 2019. DOI: 10.4103/jips.jips_313_18.

SUN, Zi-Qiang; YU, Shun-Feng; XU, Xin-Lan; QIU, Xiao-Yang; LIU, Shu-Juan. Two Vanadium(V) Complexes Derived from Bromo and Chloro-Substituted Hydrazone Ligands: Syntheses, Crystal Structures and Antimicrobial Property. **Acta Chimica Slovenica**. v. 67, n. 4, p. 1281-1289, 2020.

SZWARCWALD, Célia Landmann; ALMEIDA, Wanessa Da Silva; SOUZA JÚNIOR, Paulo Roberto Borges; RODRIGUES, Jéssica Muzy; ROMERO, Dalia Elena. Socio-spatial inequalities in healthy life expectancy in the elderly, Brazil, 2013 and 2019. **Cadernos de Saúde Pública**. v. 38, n. 1, p. e00124421, 2022. DOI: 10.1590/0102-311X00124421.

TAKAMIYA, Aline Satie; MONTEIRO, Douglas Roberto; GORUP, Luiz Fernando; SILVA, Ebele Adaobi; DE CAMARGO, Emerson Rodrigues; GOMES-FILHO João Eduardo; DE OLIVEIRA, Sandra Helena Penha; BARBOSA, Debora Barros. Biocompatible silver nanoparticles incorporated in acrylic resin for dental application inhibit *Candida albicans* biofilm. **Material Science & Engineering C, Materials for Biological Applications**. v. 118, p. 111341, 2021. DOI: 10.1016/j.msec.2020.111341.

TALAPKO, Jasminka; MATIJEVIĆ, Tatjana; JUZBAŠIĆ, Martina; ANTOLOVIĆ-POŽGAIN, Arlin; ŠKRLEC, Ivana. Antibacterial Activity of Silver and Its Application in Dentistry, Cardiology and Dermatology. **Microorganisms**. v. 8, n. 9, p. 1400, 2020. DOI: 10.3390/microorganisms8091400.

TEIXEIRA, Ana Beatriz Vilela; VIDAL, Carla Larissa; ALBIASETTI, Tainara; DE CASTRO, Denise Tornavoi; DOS REIS, Andréa Cândido. Influence of Adding Nanoparticles of Silver Vanadate on Antibacterial Effect and Physicochemical Properties of Endodontic Sealers. **Iran Endodontic Journal**. v. 14, n. 1, p. 7-13, 2019. DOI: 10.22037/iej.v14i1.22519.

TEIXEIRA, Ana Beatriz Vilela; DE CASTRO, Denise Tornavoi; SCHIAVON, Marco Antônio; DOS REIS, Andréa Cândido. Cytotoxicity and release ions of endodontic sealers incorporated with a silver and vanadium base nanomaterial. **Odontology**. v. 108, n. 4, p. 661-668, 2020. DOI: 10.1007/s10266-020-00507-x.

TOTU, Eugenia Eftimie; NECHIFOR, Aurelia Cristina; NECHIFOR, Gheorghe; ABOUL-ENEIN, Hassan Y; CRISTACHE, Corina Marilena. Poly(methyl methacrylate) with TiO₂ nanoparticles inclusion for stereolithographic complete denture manufacturing - the future in dental care for elderly edentulous patients? **Journal of Dentistry**. v. 59, p. 68-77, 2017. DOI: 10.1016/j.jdent.2017.02.012.

TSUTSUMI-ARAI, Chiaki; AKUTSU-SUYAMA, Kazuhiro; IWAMIYA, Yoko; TERADA-ITO, Chika; HIROI, Zenji; SHIBAYAMA, Mitsuhiro; SATOMURA, Kazuhito.

Antimicrobial surface processing of polymethyl methacrylate denture base resin using a novel silica-based coating technology. **Clinical Oral Investigations**. v. 27, n. 3, p. 1043-1053, 2023. DOI: 10.1007/s00784-022-04670-z.

UEHARA, Livia Maiumi; FERREIRA, Izabela; BOTELHO, André Luis; VALENTE, Mariana Lima Da Costa; REIS, Andréa Cândido Dos. Influence of β -AgVO₃ nanomaterial incorporation on mechanical and microbiological properties of dental porcelain. **Dental Materials**. v. 38, n. 6, p. e174-e180, 2022. DOI: 10.1016/j.dental.2022.04.022.

VENANTE, Helena Sandrini; CHAPPUIS-CHOCANO, Ana Paula; MARCILLO-TOALA, Oscar Oswaldo; DA SILVA, Rafaela Alves; DA COSTA, Rodrigo Moreira Bringel; PORDEUS, Mariana Domingues; BARRAVIERA, Benedito; FERREIRA JUNIOR, Rui Seabra; LARA, Vanessa Soares; NEPELENBROEK, Karin Hermana; HONÓRIO, Heitor Marques; PORTO, Vinicius Carvalho. Fibrin Biopolymer Incorporated with Antimicrobial Agents: A Proposal for Coating Denture Bases. **Materials (Basel)**. v. 14, n. 7, p. 1618, 2021. DOI: 10.3390/ma14071618.

VIDAL, Carla Larissa; FERREIRA, Izabela; FERREIRA, Paulo Sérgio; VALENTE, Mariana Lima da Costa; TEIXEIRA, Ana Beatriz Vilela; REIS, Andréa Cândido dos. Incorporation of Hybrid Nanomaterial in Dental Porcelains: Antimicrobial, Chemical, and Mechanical Properties. **Antibiotics (Basel)**. v. 10, n. 2, p. 98, 2021. DOI: 10.3390/antibiotics10020098.

VILELA TEIXEIRA, Ana Beatriz; DE CARVALHO HONORATO SILVA, Caroline; ALVES, Oswaldo Luiz; CANDIDO DOS REIS, Andréa. Endodontic Sealers Modified with Silver Vanadate: Antibacterial, Compositional, and Setting Time Evaluation. **BioMed Research International**, [S. l.], v. 2019, 2019. DOI: 10.1155/2019/4676354.

WANG, Qiyu; ZHANG, Yu; LI, Qiang; CHEN, Li; LIU, Hui; DING, Meng; DONG, Heng; MOU, Yongbin. Therapeutic Applications of Antimicrobial Silver-Based Biomaterials in Dentistry. **International Journal of Nanomedicine**. v. 17, p. 443-462, 2022. DOI: 10.2147/IJN.S349238.

WATANABE, Yutaka; OKADA, Kazutaka; KONDO, Miyako; MATSUSHITA, Takae; NAKAZAWA, Seitaro; YAMAZAKI, Yutaka. Oral health for achieving longevity. **Geriatrics & Gerontology International**. v. 20, n. 6, p. 526-538, 2020. DOI: 10.1111/ggi.13921. Epub 2020 Apr 19. PMID: 32307825.

YIN, Iris Xiaoxue; ZHANG, Jing; ZHAO, Irene Shuping; MEI, May Lei; LI, Quanli; CHU, Chun Hung. The Antibacterial Mechanism of Silver Nanoparticles and Its Application in Dentistry. **International Journal of Nanomedicine**. v. 15, p. 2555-2562, 2020. DOI: 10.2147/IJN.S246764.

ZAFAR, Muhammad Sohail. Prosthodontic Applications of Polymethyl Methacrylate (PMMA): An Update. **Polymers (Basel)**. v. 12, n. 10, p. 2299, 2020. DOI: 10.3390/polym12102299.

ZHANG, Keke et al. Effect of antimicrobial denture base resin on multi-species biofilm formation. **International Journal of Molecular Sciences**, [S. l.], v. 17, n. 7, p. 1–13, 2016. DOI: 10.3390/ijms17071033.

WANG, X; CHEN, S; MA, Y; ZHANG, T; ZHAO, Y; HE, T; HUANG, H; ZHANG, S; RONG, J; SHI, C; TANG, K; LIU, Y; KANG, Z. Continuous Homogeneous Catalytic

Oxidation of C-H Bonds by Metal-Free Carbon Dots with a Poly(ascorbic acid) Structure. ACS applied materials & interfaces, 2022. DOI: 10.1021/acsami.2c03627.