

PUCRS

FACULDADE DE ODONTOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA
ÁREA DE CONCENTRAÇÃO MATERIAIS DENTÁRIOS – DOUTORADO

LEONARDO DE CESERO

**INFLUÊNCIA DA ADIÇÃO DE NANOPARTÍCULAS DE SÍLICA NAS
PROPRIEDADES MECÂNICAS DE GESSOS ODONTOLÓGICOS**

Orientador: Prof. Dr. Eduardo Gonçalves Mota

Porto Alegre
2017

PÓS-GRADUAÇÃO - *STRICTO SENSU*



Pontifícia Universidade Católica
do Rio Grande do Sul

LEONARDO DE CESERO

**INFLUÊNCIA DA ADIÇÃO DE NANOPARTÍCULAS DE SÍLICA NAS
PROPRIEDADES MECÂNICAS DE GESSOS ODONTOLÓGICOS**

Tese apresentada como requisito parcial para obtenção título de Doutor em Odontologia, do Curso de Pós-Graduação em Odontologia, Faculdade de Odontologia da Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul, área de concentração: Materiais Dentários.

Orientador: Prof. Dr. Eduardo Gonçalves Mota

Porto Alegre

2017

Ficha Catalográfica

D278 De Cesero, Leonardo

Influência da adição de nanopartículas de sílica nas propriedades mecânicas de gessos odontológicos / Leonardo De Cesero . – 2017.

67 f.

Tese (Doutorado) – Programa de Pós-Graduação em Odontologia, PUCRS.

Orientador: Prof. Dr. Eduardo Gonçalves Mota.

1. Gesso Dentário. 2. Materiais Dentários. 3. Nanopartículas de Sílica. I. Gonçalves Mota, Eduardo. II. Título.

LEONARDO DE CESERO

**INFLUÊNCIA DA ADIÇÃO DE NANOPARTÍCULAS DE SÍLICA NAS
PROPRIEDADES MECÂNICAS DE GESSOS ODONTOLÓGICOS**

Tese apresentada como requisito parcial para obtenção título de Doutor em Odontologia, do Curso de Pós-Graduação em Odontologia, Faculdade de Odontologia da Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul, área de concentração: Materiais Dentários.

Aprovada em: ____ de _____ de _____.

BANCA EXAMINADORA:

Orientador: Prof. Dr. Eduardo Gonçalves Mota

Prof. Dra. Ana Maria Spohr (PUCRS)

Prof. Dr. Daniel Galafassi (FSG)

Prof. Dr. Rogério Brasiliense Elsemann (FSG)

Porto Alegre

2017

Dedico este trabalho aos meus pais Maria Helena Cappelletti De Cesero e Ézio Luis De Cesero que sempre foram exemplos de conduta e perseverança. Que desde meus primeiros passos me deram tudo que sempre precisei pra ser uma pessoa melhor!

A minha noiva Thayse Brandalise da Silva pela sua compreensão nos momentos de ausência, companheirismo nos momentos difíceis e amor sempre. Ao GADU pela luz constante na minha evolução.

Aos meus sogros, Gilmar Rosa da Silva e Maria de Lurdes Brandalise pelo apoio e o privilégio de conviver e aprender.

AGRADECIMENTOS

Agradeço a Faculdade de Odontologia da PUCRS, em nome da ex-coordenadora do Programa de Pós-Graduação, Ana Maria Spohr, e da atual coordenadora do programa Maria Martha Campos por me oportunizar o ingresso, o convívio e o conhecimento durante essa etapa importante de minha vida acadêmica.

A CNPq e a Capes, pela concessão da bolsa de estudos junto a PUCRS.

A todos os professores da Pós-Graduação da PUCRS, em especial: Ana Maria Spohr, Luis Burnett Junior, Maria Martha Campos e Eduardo Gonçalves Mota pelos ensinamentos técnico-científicos e de comportamento tanto na docência como na vida profissional e pessoal.

Aos colegas de pós-graduação, tanto do mestrado como do doutorado, do curso de Odontologia da PUCRS, pelo companheirismo e aprendizado.

Aos funcionários da secretária do Programa de Pós-Graduação em Odontologia da PUCRS pelo apoio, presteza e auxílios. Agradecimento especial ao funcionário Davenir Menger Bruschi.

Ao professor, amigo, exemplo, mestre e orientador Eduardo Gonçalves Mota pelo incentivo do começo ao fim do doutorado e por me aceitar como seu orientado. Será uma pessoa que levarei eternamente na minha mente e em meu coração.

Ao amigo de décadas, irmão, colega de profissão Ronaldo César Corso, pela prestatividade, companheirismo e longa e leal amizade.

A professora Ana Maria Spohr, coordenadora do laboratório de Materiais Dentários da PUCRS, pela liberação do mesmo para realização dos testes e pelo apoio e presteza a essa pesquisa e a esse pesquisador.

Ao técnico do laboratório de Materiais Dentários da PUCRS Antônio, pelo auxílio, paciência e parceria na execução dos testes mecânicos.

Ao professor Ricardo Meurer Papaléo, coordenador do Laboratório de Síntese de Matérias Nanoestruturados (LASINE) pelo total apoio nesse projeto interdisciplinar, na abertura das portas de seu departamento e laboratórios bem como na confecção das nanopartículas de sílica.

A Doutoranda do curso de Física da PUCRS Elisa Magno Nunes de Oliveira pelo apoio, parceria e ajuda na confecção das nanopartículas de sílica. Sempre disposta a ajudar e suprir as dúvidas pertinentes ao nosso trabalho.

Ao professor Rogério Brasiliense Elsemann, coordenador do curso de Odontologia da FSG, que me concedeu a primeira oportunidade na docência, tarefa há qual muito me orgulho e me traz profundas alegrias.

Aos colegas de docência do curso de Odontologia da FSG, em especial do departamento de prótese dentária, César Spielmann, Fernanda Valentini Mioso, Marília Paulus, Márcio Pinto, Matheus Balbinot e Simone Michelin Baldisserotto meu agradecimento pela acolhida, ensinamentos e amizade.

À loja maçônica Duque de Caxias III Milênio e a todos seus obreiros que, desde 2005, me acolheram. Obrigado pelo apoio, tolerância e ajuda nessa importante etapa da minha vida.

A todas as pessoas que ajudaram tornar esse trabalho uma realidade, o meu sincero agradecimento. Muito Obrigado!

RESUMO

A nanotecnologia na Odontologia está presente nos sistemas adesivos e nas resinas compostas, sendo sua aplicação ainda bastante limitada nos materiais dentários. O gesso odontológico é um material amplamente utilizado e a incorporação de nanopartículas de sílica é desconhecida. O objetivo do estudo é avaliar o comportamento das propriedades mecânicas dos gessos odontológicos a partir da adição de nanopartículas de sílica em diferentes concentrações. Foram confeccionadas 180 amostras, sendo 90 para cada gesso (Durone e Fuji Rock). No grupo controle (GC) não foram adicionadas partículas, no grupo teste 1 (GT1) foram adicionadas 1% em peso e o grupo teste 2 (GT2) recebeu 5% em peso de nanopartículas de sílica. Os testes de rugosidade, tração diametral (DTS) e compressão foram realizados após 24 horas do início da espatulação. Os valores médios de rugosidade para o Durone foram de GC= 0,55, GT1= 0,36 e GT2= 0,28 μm e para o Fuji Rock foram de GC= 0,47, GT1= 0,31 e GT2= 0,35 μm . Para DTS foram de GC= 6,03, GT1= 5,17 e GT2= 5,02 MPa para o Durone e para o Fuji Rock foram de GC= 6,41, GT1= 5,23 e GT2= 4,56 MPa. Para compressão foram de GC= 35,44, GT1= 32,70 e GT2= 32,44 MPa para o Durone e para o Fuji Rock foram de GC= 42,97, GT1= 31,22 e GT2= 29,86 MPa. Houve uma menor rugosidade superficial estatisticamente para os gessos Durone e Fuji Rock ($p < 0,001$) quando adicionadas nanopartículas de sílica. Para a DTS e compressão não houve estatisticamente resultados melhores quando adicionadas nanopartículas de sílica em comparação aos grupos controles ($p > 0,05$).

Palavras-chave: Gesso Dentário. Materiais Dentários. Nanopartículas de sílica.

ABSTRACT

The current applications of nanotechnology in dentistry include adhesive systems and composite resins, but they are still quite limited in dental materials. Dental stone is a widely used material, and the incorporation of silica nanoparticles is still unexplored. The purpose of this study is to evaluate the behavior of the mechanical properties of dental stones with the addition of silica nanoparticles at different concentrations. A total of 180 samples were prepared, 90 for each dental stone (Durone and Fuji Rock). For the control group (CG), no silica particles were added, while test group 1 (TG1) had silica nanoparticles added to 1% by weight, and test group 2 (TG2) had silica nanoparticles added to 5% by weight. The roughness, diametral tensile strength (DTS) and compressive strength were measured 24 hours after the start of spatulation. The mean roughness values for Durone were CG= 0,55, TG1= 0,36 and TG2= 0,28 μm and for Fuji Rock were CG= 0,47, TG1= 0,31 and TG2= 0,35 μm . The mean DTS values for Durone were CG= 6,03, TG1= 5,17 and TG2= 5,02 MPa and for Fuji Rock were CG= 6,41, TG1= 5,23 and TG2= 4,56 MPa. The mean compressive strength values for Durone were CG= 35,44, TG1= 32,70 and TG2= 32,44 MPa and for Fuji Rock were CG= 42,97, TG1= 31,22 and TG2= 29,86 MPa. Surface roughness was statistically lower for the Durone and Fuji Rock stones ($p < 0,001$) when silica nanoparticles were added. For DTS and compressive strength, the addition of silica nanoparticles did not lead to statistically better results when compared to the control groups ($p > 0,05$).

Key-words: Dental Stone. Dental Materials. Silica nanoparticles.

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Materiais utilizados na pesquisa	26
Tabela 2 - Valores médios de rugosidade superficial.....	32
Tabela 3 - Valores médios de tração diametral	33
Tabela 4 - Valores médios de compressão	34

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Matriz perfurada de silicone para o teste de compressão	27
Figura 2: Dimensões da amostra para o teste de compressão	27
Figura 3: Matriz perfurada de silicone para os testes de rugosidade e tração diametral.....	28
Figura 4: Dimensões da amostra para os testes de rugosidade e tração diametral .	28

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ANOVA - Análise de variância

cm - Centímetro

CaSO₄ - Sulfato de Cálcio

CH₂ - Metileno

D – Diâmetro

DTS – Força de tração diametral

FTIR - Radiação infravermelha de transformação de Fourier

g - Grama

H₂O - Água

Hz - Hertz (ciclos por segundo)

ISO – Organização internacional para padronização

Kg/f - Kilograma força

LASINE – Laboratório de síntese de materiais nanoestruturados

mm - Milímetro

mm³ - Mililitros cúbicos

mm/min - Milímetro por minuto

mL - Mililitro

MEV - Microscopia eletrônica de varredura

MPa - Megapascal

N - Newton

n - Número de amostras

NH₂ - Grupo funcional amina

nm - Nanômetro

P - Carga máxima

p - Nível de significância

PUCRS - Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul

R - Raio

Ra - Rugosidade média de superfície

rpm - Rotação por minuto

s - Segundos

t - Espessura

X - Aumento

μm - Micrômetro

LISTA DE SÍMBOLOS

°C - graus celsius

% - por cento

< - menor que

= - igual

> - maior que

± - mais ou menos

+ - mais

x - vezes

π - pi

III - três

IV - quatro

V - cinco

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO.....	13
2 OBJETIVOS.....	16
2.1 Objetivo geral.....	16
2.1 Objetivos específicos.....	16
3 REVISÃO DA LITERATURA	17
4 MATERIAIS E MÉTODOS.....	26
4.1 Materiais	26
4.2 Confeção das amostras	26
4.3 Obtenção das nanopartículas de sílica	29
4.4 Teste de rugosidade superficial.....	30
4.5 Teste de tração diametral	30
4.6 Teste de compressão	30
4.7 Análise estatística dos resultados	31
5 RESULTADOS	32
5.1 Rugosidade superficial	32
5.2 Tração diametral	33
5.3 Compressão.....	34
6 DISCUSSÃO	35
7 CONCLUSÕES.....	39
REFERÊNCIAS	40
ANEXO A - Carta de Aprovação do Comitê de Ética da Faculdade de Odontologia da PUCRS	43
ANEXO B - Carta do Laboratório de Síntese de Materiais Nanoestruturados...	44

ANEXO C – E-mail com Aceitação da Publicação do Artigo na Revista The Journal of Prosthetic Dentistry	45
ANEXO D – Artigo Publicado	46

1 INTRODUÇÃO

Sistemas alternativos foram estudados e propostos para obtenção de modelos de gessos mais precisos e resistentes, dentre eles a metalização de troqueis (FAN; POMERS; REID, 1981; CRAIG, 2006), o gesso tipo V (SCHWEDHELM; LEPE, 1997; ABDELAZIZ; COMBE; HODGES, 2002; TWOMEY et al., 2003; AZER; KERBY; KNOBLOCH, 2008) a resina epóxica (DUKE et al., 2000), a resina de poliuretano (PEREIRA, 2010), a resina epóxica carregada com diatomita (DIAS, 2003), a resina epóxica carregada com zirconita (DIAS et al., 2007), o gesso carregado com nanoestruturas de carbono (VASCONCELOS et al., 2010), cianocrilato e goma arábica (TRIPATHI et al., 2016). A principal razão para seu uso diversificado é que os materiais a base de gesso são de natureza única e suas propriedades podem facilmente ser modificadas por meios físicos e químicos (CRAIG; POWERS; WATAHA, 2002).

Na obtenção da excelência nos procedimentos odontológicos, a busca do aperfeiçoamento dos diferentes tipos e marcas comerciais de gessos e suas propriedades mecânicas assumem um papel importante, visto que eles participam ativamente na precisão de muitos processos clínicos e laboratoriais, juntamente com os materiais de moldagem. O gesso odontológico é utilizado para confeccionar modelos, a partir das moldagens, que são cópias dos tecidos bucais. O gesso especial tipo IV é um gesso pedra de alta resistência capaz de suportar a maior parte dos procedimentos de manipulação envolvidos na produção de próteses e outros artefatos dentários, além disso, é dimensionalmente estável por longos períodos.

As propriedades importantes dos produtos de gesso incluem qualidade, fluidez no momento de vazar, o tempo de presa, a expansão linear de presa (MICHALAKIS et al., 2012), resistência a compressão, resistência a tração, dureza, resistência a abrasão, a reprodução de detalhes, a compatibilidade com materiais de moldagem (CRAIG; POWERS; WATAHA, 2002) e rugosidade superficial (DE CESERO et al., 2014). É um material que apresenta grande evolução, mas ainda conserva propriedades negativas como baixas resistências ao impacto, à abrasão, a compressão, a tração diametral (LINDQUIST et al., 2002; VASCONCELOS et al.,

2010) e uma expansão volumétrica na cristalização, que leva a instabilidade dimensional (DIAS, 2007).

Existem vários tipos e marcas de gessos odontológicos com diferentes indicações de utilização. O critério para a seleção de qualquer produto de gipsita em particular depende de seu uso e das propriedades físicas necessárias para sua utilização. Não existe um produto de gipsita que se enquadre em todas as situações requeridas (VAN NOORT, 2004; ANUSAVICE; SHEN; RAWLS, 2013). Nesse sentido, é possível se produzir o α e o β - hemidrato a partir de subprodutos da fabricação do ácido fosfórico, que resultam nos chamados gessos sintéticos. O produto sintético é geralmente muito mais dispendioso do que a produção a partir da gipsita natural, mas quando o produto é produzido de forma adequada, suas propriedades são iguais ou excedem aquelas dos gessos naturais (CRAIG, 2006; ANUSAVICE; SHEN; RAWLS, 2013).

Para a confecção de troqueis odontológicos é necessário que o gesso possua uma superfície resistente e lisa, permitindo acabamento da cera na margem cervical com instrumentos afiados sem abrasão do troquel. Porém, uma das desvantagens do gesso tipo IV é justamente a suscetibilidade de sofrer abrasão quando da escultura do padrão de cera (ANUSAVICE; SHEN; RAWLS, 2013). Contudo é o tipo de gesso mais comumente usado na odontologia, pois tem custo relativamente baixo, é de fácil manipulação e estocagem e é geralmente compatível com todos os materiais de moldagem (VASCONCELOS et al., 2010).

As partículas de carga inorgânica são utilizadas nos materiais odontológicos com o objetivo principal de aumentar a sua resistência (WILSON; ANTONUCCI 2006). Partículas como quartzo, sílica coloidal, sílica de vidro contendo bário, estrôncio e zircônia e outros têm sido comumente utilizados nos materiais como diferentes tipos de carga inorgânica. Diversos são os tipos, formas e tamanhos de partículas de carga utilizadas em produtos comerciais, e esses fatores podem afetar as propriedades do material (CHEN, 2010). Uma modificação importante no conteúdo inorgânico realizada recentemente é a aplicação da nanotecnologia à formulação dos produtos odontológicos. Partículas de carga inorgânica em escala nanométrica (1 - 100 nm) foram incorporadas aos materiais resinosos com o objetivo principal de melhorar as propriedades mecânicas (MITRA; WU; HOLMES, 2003).

Com o surgimento e expansão da tecnologia nanométrica, vários materiais sofreram a influência desses avanços e outros foram criados a partir dela, tanto na

odontologia como em outras áreas do conhecimento. Percebe-se que esses materiais melhoraram suas propriedades mecânicas e físicas, tendo um desempenho clínico e laboratorial mais eficiente e seguro. A tendência é que, com o aprimoramento e barateamento da tecnologia nanométrica, surjam novos produtos e materiais que utilizarão partículas nanométricas em sua composição.

Portanto, a justificativa do presente trabalho é que a nanotecnologia é ainda pouco pesquisada e utilizada, principalmente na odontologia. O gesso é um material amplamente utilizado, tanto o mineral como o sintético, sendo importante a busca de um constante melhoramento de suas propriedades mecânicas, nesse caso, a partir da adição de nanopartículas de sílica. Também pela tentativa de desenvolvimento de um novo composto de gesso mineral e/ou sintético com nanopartículas de carga para o mercado odontológico. A hipótese nula do estudo é que a adição das nanopartículas de sílica não alterarão as propriedades mecânicas dos gessos odontológicos estudados.

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivo Geral:

Avaliar o comportamento das propriedades mecânicas dos gessos odontológicos a partir da adição de nanopartículas de sílica.

2.2 Objetivos Específicos:

- a) Avaliar as propriedades mecânicas dos gessos com adição de diferentes concentrações de nanopartículas de sílica;
- b) Comparar as propriedades mecânicas do gesso mineral e do gesso sintético a partir da adição de nanopartículas de sílica;
- c) Desenvolver um composto de gesso com nanopartículas de sílica com propriedades mecânicas melhoradas em relação aos gessos comerciais.

3 REVISÃO DA LITERATURA

Fan, Powers e Reid (1981) avaliaram a dureza superficial, resistência à abrasão, textura e rugosidade superficial de dois gessos tipo IV (Duroc e Silky Rock) usados com água e endurecedor, uma resina epóxica (Epoxydent), uma resina para modelos com pó de metal disperso (Die-Met) e a metalização superficial com cobre e prata desses materiais citados anteriormente. Os gessos tipo IV tiveram a maior rugosidade superficial, dureza de superfície e maior perda de material em abrasão em comparação aos outros materiais. O uso do endurecedor melhorou a rugosidade superficial e a resistência à abrasão. Os troques de gessos metalizados apresentaram rugosidade superficial de 0,06 μm com prata e 0,03 μm com cobre. Ainda, esses modelos revestidos com metal, apresentaram a maior dureza superficial, menor rugosidade superficial e menor perda de material em abrasão, comparado aos materiais sem o revestimento superficial metálico de cobre e prata.

Schwedhelm e Lepe (1997) avaliaram a resistência à fratura de quatro gessos em diferentes intervalos de tempo. Trabalharam com dois tipos de gesso tipo IV, o Silky-Rock e Resin-Rock, reforçado por resina. Dois tipos de gesso tipo V (Prima-Rock e Hard-Rock). No total, 80 modelos de gesso foram preparados, separados e testados em 30 minutos, 1, 12 e 24 horas para medir a resistência à fratura. Os gessos foram espatulados manualmente por 15 segundos e depois misturados a vácuo por mais 30 segundos. Diferenças significativas de resistência à fratura nos diferentes tipos de gesso foram observadas em todos os intervalos de tempo exceto em 24 horas. Concluíram que é recomendado esperar pelo menos 12 a 24 horas para separar os modelos de gesso das moldagens para evitar fraturas nos modelos.

Duke et al. (2000) compararam as propriedades de três novos materiais e dois gessos convencionais tipo IV. Dimensão linear, reprodução de detalhes, dureza superficial, resistência a abrasão e tração diametral de dois gessos modificados por resina introduzidos recentemente no mercado (ResinRock, Milestone), uma resina epóxica (Epoxy-Die) e dois gessos tipo IV convencionais (Silky-Rock, Die-Stone) foram estudados. Concluíram que os gessos modificados por resina não foram significativamente superiores aos gessos tipo IV convencionais. A resina epóxica exibiu os melhores resultados na resistência a abrasão, reprodução de detalhes e na tração diametral em comparação a todos os gessos estudados.

Soares e Ueti (2001) estudaram a rugosidade superficial e resistência à compressão de troqueis de gesso submetidos à desinfecção química por imersão durante 30 minutos em solução de hipoclorito de sódio a 1% e glutaraldeído alcalino 2,2% e pela adição de glutaraldeído alcalino a 2,2% e hipoclorito de sódio a 5% na manipulação dos gessos tipo IV (Vel-mix) e tipo V (Exadur V). As amostras foram submetidas à experimentação 1 hora depois do início da espatulação e as análises foram feitas 24 horas após os ensaios experimentais. Concluíram que a desinfecção química não provocou alteração dimensional significativa nos troqueis de gesso, mas determinou alterações na rugosidade superficial dos troqueis conforme o método de desinfecção utilizado. Tanto a imersão por 30 minutos como adição de solução desinfetante a mistura dos gessos estudados determinaram redução na resistência à compressão dos troqueis.

Abdelaziz, Combe e Hodges (2002) avaliaram os efeitos da incorporação de desinfetantes no líquido de gessos odontológicos em relação às propriedades mecânicas. Dois tipos de gesso, um tipo III (Lab Stone) e um tipo V (Die Keen) foram misturados com soluções de hipoclorito de sódio, glutaraldeído e povidone iodado em diferentes concentrações. A água foi utilizada como controle no estudo. Foram realizados os testes de compressão e tração diametral depois de 1 hora e 7 dias depois do início da mistura. Os desinfetantes reduziram o valor das propriedades mecânicas dos dois tipos de gesso. Concluíram que os desinfetantes químicos reduziram as propriedades mecânicas dos gessos odontológicos quando usado como substitutos da água.

Hersek et al. (2002) avaliaram a resistência à tração diametral de cinco tipos de gessos odontológicos produzidos em diferentes intervalos de tempo usando forno de microondas durante 10 minutos para secagem e secagem no ambiente. Os gessos usados foram o Moldano, Amberok, Herastone, Shera-Sockel e Fuji Rock. Dez corpos de prova de cada gesso foram testados passados 30, 60 e 120 minutos após a secagem. Em todos os intervalos de tempo os valores da tração diametral dos gessos dentários secados em forno de microondas foram de em média 2,99 MPa e os valores dos corpos de prova secados no ambiente foi de em média 2,53 MPa, uma diferença estatisticamente significativa ($p < 0,01$). Concluíram que a secagem em forno de microondas causou um efeito positivo na tração diametral nos cinco tipos de gessos odontológicos.

Lindquist et al. (2002) estudaram os valores de resistência à abrasão de três tipos de gessos. Os gessos avaliados foram: gesso tipo III (Microstone), gesso convencional tipo IV (Silky Rock) e um gesso impregnado por resina tipo IV (Resin Rock). As amostras foram testadas 24 horas (n=15) e 7 dias (n=15) após o início da mistura. O gesso tipo III em 24 horas apresentou perda significativamente maior em relação ao gesso tipo IV em 24 horas e 7 dias. O gesso tipo III exibiu maior perda de massa em 24 horas do que em 7 dias. Não houve diferença significativa na resistência à abrasão no gesso tipo IV em 24 horas e 7 dias. Concluíram que não houve diferença significativa na resistência à abrasão entre as amostras de gesso com resina impregnada e gesso convencional tipo IV, embora o primeiro demonstrou a menor perda de material.

Dias (2003) avaliou a resina epóxica Epoxiglass modificada com diatomita para confecção de modelos, comparando os resultados obtidos com gesso tipo IV e V. Os gessos e a resina foram manipulados conforme recomendações do fabricante. Foram realizadas silanização da carga diatomita e análise em MEV para avaliar a efetividade. Para obtenção dos modelos, quatro matrizes de dimensões particulares foram desenvolvidas. Modelos obtidos com gesso tipo IV Durone, Fuji Rock e Rock Plus, como também obtidos com resina epóxica Epoxiglass pura, modificada com diatomita pura e silanizada foram analisadas em MEV. Os modelos obtidos em gesso e resinas foram submetidos a ensaios de análise do comportamento dimensional, da capacidade de reproduzir e manter detalhes presentes no molde, da resistência ao desgaste por abrasão, da resistência à fratura ao impacto, da resistência à compressão, da resistência à tração diametral e da rugosidade superficial. Concluíram que a resina modificada por diatomita permite obtenção de modelos precisos e duráveis.

Mitra, Wu e Holmes (2003) relataram o desenvolvimento de nanopartículas resultando em um nanocompósito. Eles estudaram as propriedades dos nanocompósitos *in vitro* em comparação com aqueles já existentes (compósitos híbridos, e microhíbridos). Os autores desenvolveram dois tipos de nanopartículas: partículas nanométricas em cachos e nanopartículas. Eles usaram combinações ideais destas nanopartículas em uma matriz de resina para preparar o sistema de nanocompósito com uma vasta gama de tonalidades e opacidades. As propriedades estudadas foram compressão, tração e flexão diametral, desgaste *in vitro*, resistência à fratura, retenção de polimento e morfologia superficial após abrasão

por escovação. Concluíram que o nanocompósito estudado mostrou alta translucidez, alta retenção de polimento semelhante para aqueles de micropartículas, mantendo as propriedades físicas e resistência ao desgaste equivalente aos dos compósitos híbridos.

Twomey et al. (2003) realizaram um estudo na tentativa de desenvolver um gesso com propriedades de desinfecção, resistência à compressão e à tração diametral adequados. O hipoclorito de cálcio, em solução aquosa, em concentrações de 0, 0,5, 1 e 1,5% foram testadas como um aditivo de desinfecção de um gesso tipo V (Die Keen). Os valores de resistência à compressão e tração diametral dos gessos foram medidos (MPa), utilizando uma máquina de ensaios universal. Em geral, o efeito da adição do desinfetante para o gesso foi uma diminuição dos resultados de resistência à compressão e tração diametral. As exceções foram à resistência à compressão a seco, para o qual havia um aumento significativo a 0,5%, e a resistência à compressão e tração diametral úmida, que não mostrou nenhuma diferença significativa entre os 1,5% e os de controle. Em concentrações de 0,3% e superior o hipoclorito de cálcio foi capaz de desinfetar os modelos de gesso. É possível preparar um gesso tipo V que contém um desinfetante, com propriedades mecânicas adequadas reduzindo o número de micro-organismos residuais. O gesso misturado com água contendo 0,5% de hipoclorito de cálcio preenche estes critérios.

Wilson e Antonucci (2006) estudaram as relações entre a composição interfásica e as propriedades mecânicas dos nanocompósitos, com o objetivo de melhorar as propriedades do material restaurador através da manipulação da interfase. As nanopartículas de sílica foram silanizadas com três silanos diferentes e misturas desses silanos para gerar seis diferentes composições interfásicas. Compósitos contendo 60% de nanopartículas silanizadas foram analisadas quanto às características de manuseio da pasta, à conversão de vinil, a força de flexão biaxial e a dureza superficial Knoop. Esse estudo sugere que a silanização dupla é um método prático para melhorar a características de manipulação de nanocompósitos restauradores dentários, mantendo ou melhorando as propriedades mecânicas dos compósitos.

Mota, Oshima e Pires (2006) avaliaram a resistência à tração diametral entre gessos tipo IV mineral e sintético. Os materiais utilizados foram o Vel Mix, Tuff Rock e Fuji Rock. Todos os materiais foram manipulados manualmente de acordo com as especificações dos fabricantes. Após a manipulação dos materiais para modelo,

estes foram vazados na matriz em um vibrador e os corpos de prova armazenados durante 24 horas. A seguir os testes de tração diametral foram realizados no sentido de compressão até ocorrer à ruptura. Os resultados obtidos foram: Fuji Rock (8,48 MPa), Tuff Rock (7,91 MPa) e Vel Mix (5,09 MPa). A menor resistência à tração diametral foi verificada no grupo Vel Mix. No entanto, os grupos Tuff Rock e Fuji Rock apresentaram as maiores médias, mas não diferiram estatisticamente.

Casemiro et al. (2006) analisaram as resistências à tração diametral e compressão de gessos utilizados em Odontologia (natural, sintético e reforçados com resina). Os ensaios mecânicos foram realizados nos tempos de 1 hora e 24 horas após a manipulação, sendo os resultados submetidos à análise estatística. As partículas foram analisadas em microscópio eletrônico de varredura, procurando-se estabelecer correlações com as propriedades avaliadas. Os gessos utilizados foram o Fuji Rock, Tuff Rock e Rock Plus V. Concluíram que os tempos de presa inicial e final foram menores para o gesso resinado (Rock Plus V) e maiores para o gesso natural (Fuji Rock). Em relação à resistência à tração e à compressão os materiais podem ser classificados na seguinte ordem decrescente: GC Fuji Rock, Tuff Rock e Rock Plus V. O gesso natural possui partículas maiores em comparação aos gessos sintéticos e aos resinados.

Ablullah (2006) avaliou a reprodução de detalhes superficiais, a estabilidade dimensional e a resistência à compressão de modelos de gesso tipo III e tipo IV melhorado (Excalibur) desinfetados com solução contendo hipoclorito de sódio a 0,525% em comparação a um grupo controle que utilizou água destilada. Os corpos de prova foram testados 24 horas após a espatulação com secagem em temperatura ambiente. Concluíram que a imersão tanto do gesso tipo III e IV em solução de hipoclorito de sódio causou um aumento na estabilidade dimensional e uma diminuição na reprodução de detalhes superficiais e na força de compressão, sem diferença estatística entre os gessos estudados.

Dias et al. (2007) avaliaram a rugosidade superficial dos gessos odontológicos tipo IV (Tuff Rock) e tipo V (Exadur) e de uma resina epóxica pura (Epoxiglass 1504) e uma carregada com silicato de zircônio (zirconita) após 24 horas da sua espatulação. Foram divididos em quatro grupos com 10 corpos de provas, comparando os gessos a uma resina epóxica pura e uma carregada com silicato de zircônia. Concluíram que quando comparadas aos gessos tipo IV e tipo V a resina epóxica Epoxiglass 1504 possibilita a obtenção de modelos com superior lisura

superficial e a adição de silicato de zircônia na proporção 1/1 na resina epóxica não compromete sua rugosidade superficial.

Azer, Kerby e Knoblock (2008) avaliaram o efeito dos diferentes tipos de gessos com diferentes métodos de mistura em relação às propriedades físicas de quatro tipos de gesso. Dois gessos tipo IV (Silky-Rock e Snap-Stone), um tipo V de alta expansão (Die Keen) e um recente gesso introduzido no mercado tipo V especial (HandiMix). Foram submetidos aos testes de compressão, tração diametral, porosidade superficial, dureza superficial, tempo de presa, expansão de presa e rugosidade superficial. Os gessos foram espatulados manualmente e à vácuo. Os corpos de prova foram analisados em 1 hora e 24 horas depois do início da espatulação dos gessos (n=10). Concluíram que os métodos de mistura (manual e mecânico) não influenciaram significativamente nas propriedades mecânicas e físicas dos gessos estudados.

Rodriguez, Curtis e Bartlett (2009) analisaram a rugosidade superficial de gessos odontológicos através de um perfilômetro a laser sem contato. Três gessos tipo IV (Fuji Rock, Moonstone, Super Rock) foram utilizados para mensurar os valores de rugosidade superficial expressos em Ra. Os resultados apresentaram significativa diferença entre os valores de rugosidade entre os gessos estudados, variando de 0,87 μm a 0,99 μm . Concluíram que a digitalização da rugosidade superficial com o perfilômetro a laser sem contato foi afetada pela cor e transparência dos materiais dentários estudados.

Lucas, Ribeiro e Butignon (2009) analisaram as possíveis alterações promovidas pela incorporação de agentes desinfetantes na resistência à compressão, estabilidade dimensional linear e resistência à tração diametral de modelos de gesso. As amostras foram confeccionadas em gesso pedra tipo III (Herodent/Vigodent) divididas em quatro grupos adicionando diferentes quantidades de hipoclorito de cálcio no gesso. Baseado nos resultados obtidos pode-se observar uma influência negativa da incorporação do hipoclorito nos valores de resistência à tração diametral e resistência à compressão no gesso estudado. Concluíram que a incorporação do hipoclorito de cálcio acarreta uma diminuição da resistência dos modelos de gessos e não pode ser utilizado como solução de escolha na confecção de modelos biologicamente estáveis livres de infecção.

Sunitha, Sridevi e Kalavathy (2010) avaliaram as propriedades de gessos tipo III e IV misturados com soluções desinfetantes. As soluções usadas foram uma

solução de hipoclorito de sódio de 0,525% e uma solução de glutaraldeído de 2%. Os gessos foram testados depois de 1 hora e 7 dias do início da mistura, nos testes de compressão e tração diametral. Concluíram que as soluções desinfetantes quando utilizadas como substitutas a água reduziram os valores de compressão e tração diametral dos gessos estudados.

Chen (2010) realizou uma ampla revisão dos recentes estudos sobre o desenvolvimento de nanocompósitos dentários e suas aplicações clínicas. Nos nanocompósitos, as nanopartículas são adicionadas e distribuídas de forma dispersa ou agrupadas. Por melhorar as propriedades mecânicas, os nanocompósitos reforçados com nanofibras ou nanopartículas foram investigados. Para reduzir a contração de polimerização, pesquisadores modificaram a matriz de resina usando metacrilato, nanocompósitos funcionalizados ou nanocompósitos à base de resina epóxi. Os efeitos da silanização das nanopartículas também foram estudados. Considerações clínicas dos métodos de fotopolimerização e as propriedades mecânicas dos nanocompósitos, especialmente a durabilidade após a instalação também foi abordada.

Pereira et al. (2010) avaliaram o comportamento mecânico de uma resina de poliuretano (Quartz-die) comparando-a com o gesso tipo IV (Durone), espatulado manualmente. Oito corpos de prova com 12 mm de altura em 6 mm de diâmetro de cada material foram submetidos ao ensaio de compressão na máquina de ensaio universal. Oito corpos de prova de cada material foram submetidos ao ensaio de dureza superficial no Durômetro, estabelecendo valores. Dentro dos parâmetros adotados nesse estudo, concluíram que a resina de poliuretano Quartz-die apresentou menor resistência à compressão e dureza superficial em comparação ao gesso tipo IV Durone.

Vasconcelos et al. (2010) estudaram grupos com diferentes concentrações de nanoestruturas de carbono de paredes múltiplas (MWNC) no carregamento de gesso tipo IV: G1 (Controle), G2 (Controle + MWNC 0,25%) e G3 (Controle + MWNC 0,50%). Os corpos de prova foram submetidos ao ensaio de resistência à compressão e a resistência à fratura por impacto, sem entalhe utilizando ensaio tipo Charpy. Na análise de resistência à compressão $G2 > G3 > G1$ ($p < 0,05$). Na análise da resistência ao impacto $G3 > G2 > G1$ ($p < 0,001$). Diante das limitações do estudo, os resultados iniciais demonstram a presença de ganho mecânico significativo,

viabilizando a realização de novos estudos para melhor entendimento desse processo.

Michalakis et al. (2012) avaliaram as alterações dimensionais de cinco diferentes gessos de alta resistência depois de expô-los a duas condições diferentes de armazenamento durante um período de três semanas. Três gessos Tipo IV (Fuji Rock, Vel-Mix, Suprastone) e dois gessos Tipo V (Hard Rock, Jade Stone) foram testados. Uma matriz de aço circular cônica com um diâmetro de 66 mm e uma altura de 10 mm foi utilizada. Os gessos foram misturados com água e espatulados à vácuo. As amostras ($n= 20$) foram separadas da matriz uma hora após o vazamento. Metade dessas amostras (controle) foram armazenadas em uma incubadora a $22 \pm 1^\circ\text{C}$ com umidade relativa de $50 \pm 5\%$, enquanto que o resto das amostras foram colocadas em uma incubadora a $40 \pm 1^\circ\text{C}$ e umidade relativa de $< 20\%$. As alterações dimensionais foram registradas em intervalos de tempo com um microscópio durante um período de três semanas. Os dados obtidos foram submetidos à análise de variância (ANOVA), revelando diferenças estatisticamente significativas ($p < 0,001$) entre os diferentes tipos de gessos IV e V, tempos e condições de armazenamento. Todos os fatores analisados (tipo de gesso, tempo de armazenamento e condição) afetaram significativamente os resultados de alteração dimensional.

De Cesero et al. (2014) avaliaram a influência do tempo de armazenamento na rugosidade, resistência à tração diametral (DTS) e compressão de gessos tipo IV. Foram confeccionadas 270 amostras, sendo 90 para cada marca comercial (Durone, Fuji Rock e Tuff Rock). Os testes de rugosidade, DTS e compressão para os tempos de armazenagem de 1 hora, 24 horas e 7 dias foram realizados. Os valores de rugosidade registrados para os diferentes tipos de gesso variaram de $0,30 \mu\text{m}$ (Durone 1 hora) a $0,64 \mu\text{m}$ (Tuff Rock 7 dias). Os valores de DTS registrados para os diferentes tipos de gesso variaram de $3,94 \text{ MPa}$ (Tuff Rock 1 hora) à $9,20 \text{ MPa}$ (Durone 7 dias). Os valores da compressão registrados para os diferentes tipos de gesso variaram de $26,67 \text{ MPa}$ (Durone 1 hora) à $65,14 \text{ MPa}$ (Fuji Rock 7 dias). Concluíram que houve um aumento estatisticamente significativo para o fator tempo em relação a rugosidade ($p= 0,005$), DTS ($p= 0,001$) e compressão ($p= 0,001$). O fator marca comercial influenciou significativamente na rugosidade ($p= 0,001$), DTS ($p= 0,004$) e compressão ($p= 0,001$). O gesso Tuff Rock apresentou maior

rugosidade superficial, os gessos Durone e Fuji Rock apresentaram a maior resistência à tração diametral e o gesso Fuji Rock a maior resistência à compressão.

Tripathi et al. (2016) observaram os efeitos da incorporação de cianoacrilato, resinas epóxi e goma arábica sobre a resistência à abrasão de gesso tipo IV. Quarenta espécimes foram preparados e divididos em quatro grupos (n=10), todos os espécimes foram submetidos a testes de abrasão, análise de volume de desgaste, FTIR e MEV. O teste de abrasão mostrou desgaste máximo no grupo de controle e mínimo desgaste no grupo da goma arábica. As diferenças intergrupais foram estatisticamente significativas ($p < 0,001$). A maior diferença média foi entre o controle e a goma arábica. O menor foi entre o cianoacrilato e o grupo controle. O volume médio de desgaste foi menor no grupo goma arábica (4,23 mm³) e maior no grupo controle (6,78 mm³). Os gráficos FTIR dos modelos de goma arábica mostraram a presença de CH₂, que é responsável por sua atividade de adesão. MEV revelou que as partículas irregulares de goma arábica exibem um arranjo interligado e este padrão resulta em formação de ligações físicas mais fortes. Concluíram que a adição de goma arábica aumenta a resistência à abrasão do gesso tipo IV.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 Materiais

Os materiais comerciais utilizados na pesquisa estão descritos na Tabela 1 com sua respectiva classificação, proporção, tempo de espatulação e seus fabricantes.

Tabela 1 - Descrição dos materiais utilizados na pesquisa

Marca comercial	Classificação	Proporção	Tempo de espatulação	Fabricante
Durone	Mineral	100g/ 19 mL	40 s	Dentsply, Rio de Janeiro, Brasil
Fuji Rock	Sintético	100g/ 20 mL	30 s	Gc Europe, Leuven, Bélgica

4.2 Confeções das amostras

Foram confeccionadas 180 amostras, sendo 90 amostras para o gesso mineral e 90 amostras para o gesso sintético. No grupo controle (GC) não foi adicionada nenhuma nanopartícula em sua composição, no grupo teste 1 (GT1) foi adicionada 1% em peso de nanopartículas de sílica na composição e no grupo teste 2 (GT2) foi adicionada 5% em peso de nanopartículas de sílica na composição. Para cada grupo foram realizados os testes de rugosidade superficial, tração diametral (DTS) e compressão (n=10) (ABDELAZIZ; COMBE; HODGES, 2002; AZER; KERBY; KNOBLOCH, 2008; HERSEK et al., 2012; DE CESERO et al., 2014) 24 horas após o início da espatulação dos mesmos.

Para a confecção das amostras foram utilizadas duas matrizes especiais de borracha perfuradas, mostradas nas figuras 1 e 3. Nas amostras que foram submetidas ao teste de rugosidade superficial e tração diametral, os corpos de prova tinham medidas de 6 mm de largura por 3 mm de altura, como mostrado na figura 4. Para as amostras que foram submetidas ao teste de compressão, os corpos de prova tinham medidas de 3 mm de largura e 6 mm de altura, como mostrado na figura 2.

Figura 1: Matriz perfurada de silicone para o teste de compressão

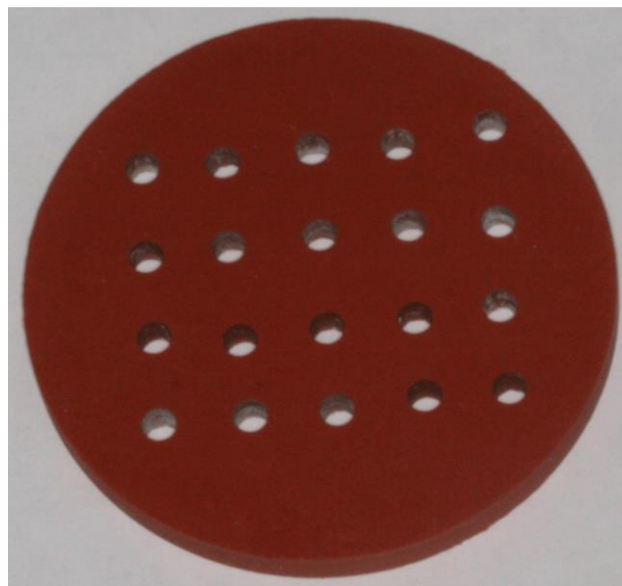


Figura 2: Dimensões da amostra para o teste de compressão

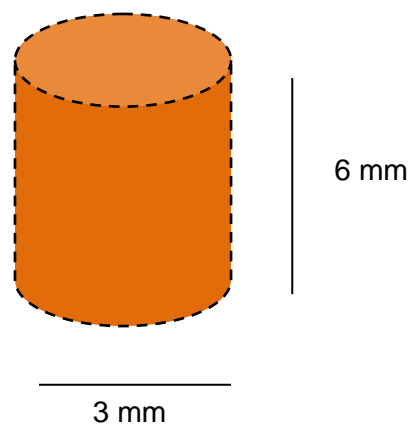


Figura 3: Matriz perfurada de silicone para os testes de rugosidade e tração diametral

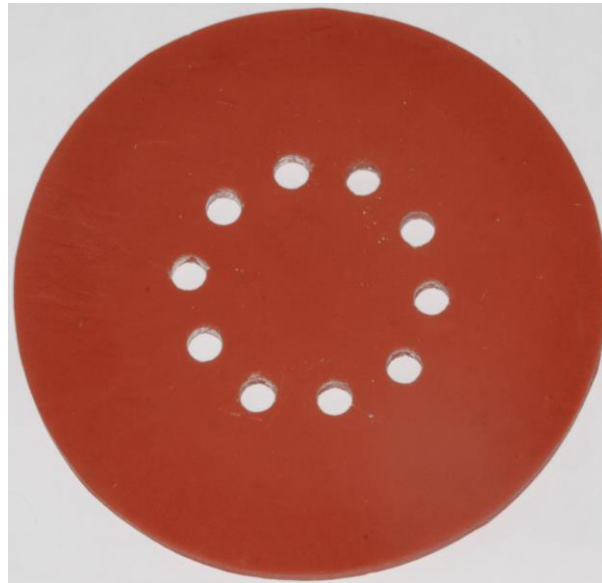
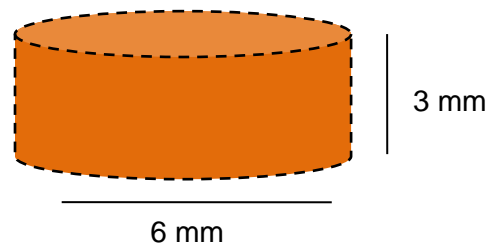


Figura 4: Dimensões da amostra para os testes de rugosidade e tração diametral



As pesagens do pó dos gessos e das nanopartículas de sílica foram realizados com auxílio de uma balança de precisão digital profissional GAMA EC-301 SL (Bolonha, Itália) conforme recomendação dos fabricantes para os gessos (tabela 1) e conforme os grupos testes para as nanopartículas de sílica. Foi utilizada água destilada em temperatura ambiente ($25 \pm 2^\circ\text{C}$) e a dosagem realizada através de uma pipeta de vidro Satelit de 10 mL (Jundiaí, São Paulo, Brasil). Os gessos foram espatulados a vácuo na máquina Polidental de 60 Hz (Cotia, São Paulo, Brasil), conforme o tempo recomendado pelos fabricantes (tabela 1). A massa de gesso foi vazada com auxílio de um vibrador VH (Araraquara, São Paulo, Brasil) em

pequenas quantidades através de um pincel número 2. Uma laje de vidro de 10 mm de espessura foi colocada na parte inferior e outra na parte superior das matrizes auxiliando na planificação das amostras.

Após 1 hora, a partir do início da espatulação dos gessos, foram separadas as amostras das matrizes de silicone. Em seguida, as amostras foram analisadas com uma lupa estereoscópica (10x) quanto à sua qualidade, descartando aquelas que apresentaram algum defeito, como bolhas, imperfeições ou fraturas. As amostras selecionadas foram armazenadas por 24 horas conforme cada grupo em condições de temperatura e umidade do ambiente ($25 \pm 2^\circ\text{C}$) para posterior execução dos testes mecânicos propostos. Após, os resultados foram tabulados e submetidos à análise estatística descrita posteriormente.

4.3 Obtenção das nanopartículas de sílica

As nanopartículas de sílica foram produzidas no Laboratório de Síntese de Materiais Nanoestruturados (LASINE) da Faculdade de Física da Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul (PUCRS) utilizando o método de Stöber, Fink e Bohn (1968). As partículas obtidas tiveram tamanhos de 80 ± 20 nm. Em um erlenmeyer, foram adicionados 28 mL de água ultrapura, Sistema Milli-Q, Merck Millipore (São Paulo, São Paulo, Brasil), 28 mL de etanol 100% de pureza Sigma-Aldrich (São Paulo, São Paulo, Brasil) e 6 mL de hidróxido de amônio Merck (Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, Brasil), em agitação magnética até tornar-se homogêneo (denominada de mistura 1). Em um funil de separação, foram adicionados 2 mL de Tetraetilortosilicato (TEOS) e 30 mL de etanol, homogeneizados (denominado de mistura 2). A mistura 2 foi lentamente gotejada na mistura 1. O sistema ficou em constante agitação magnética por 4 horas, em umidade e temperatura ambiente (25°C).

A mistura foi centrifugada na centrífuga modelo KC5 Kindly (São Caetano do Sul, São Paulo, Brasil) duas vezes, a 3000 rpm, por 30 minutos, para ocorrer a decantação total das nanopartículas. O líquido remanescente foi descartado e adicionado etanol para lavagem. Foram realizadas 4 lavagens com etanol. O pó de nanopartículas foi seco em estufa, a 120°C por 2 horas. As nanopartículas de sílica foram funcionalizadas com grupos NH_2 utilizando o reagente 3-aminopropiltriétoxissilano Merck (Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, Brasil). Para

confirmação da funcionalização das partículas foram realizadas análises físico-químicas através da eletroscopia por infravermelho (FTIR).

4.4 Teste de rugosidade superficial

Após 24 horas de armazenamento, foi utilizado um Rugosímetro SJ 201 Mitutoyo (Kawasaki, Kanagawa, Japão), para a medição da rugosidade média de superfície (Ra). Foi realizada uma leitura por corpo de prova no centro de cada peça. Para determinar o centro das peças, utilizou-se um paquímetro digital Mitutoyo (Kawasaki, Kanagawa, Japão). Com formato de agulha, a ponta palpadora percorreu a superfície dos corpos de prova com um deslocamento limitado de 2,5 mm. Os resultados foram registrados digitalmente em micrômetros (μm). O rugosímetro foi acoplado a uma base metálica especial e o teste foi executado em uma bancada de granito rígida, a fim de eliminar vibrações indesejadas, garantindo, desse modo, a fidelidade das leituras.

4.5 Teste de tração diametral

Após 24 horas de armazenamento, os corpos de prova foram medidos utilizando um paquímetro digital Mitutoyo (Kawasaki, Kanagawa, Japão) em espessura e diâmetro e, depois, foram montados na máquina de ensaio universal Emic DL 2000 (São José dos Pinhais, São Paulo, Brasil) com célula de carga de 500N com velocidade de carregamento de 0,5 mm/min para a realização do teste, no laboratório de materiais dentários da PUCRS. Os resultados foram obtidos em Newton (N) e convertidos para megapascal (MPa) de acordo com a fórmula descrita abaixo (ANUSAVICE; SHEN; RAWLS, 2013):

$$\text{Tração Diametral} = \frac{2 P}{\pi \times D \times t}$$

Onde P é a carga máxima (N), D o diâmetro (mm) e t a espessura (mm).

4.6 Teste de compressão

O teste de compressão foi realizado de acordo com as especificações da ADA nº 25, para gessos odontológicos. Após 24 horas de armazenamento, os corpos de prova foram medidos utilizando um paquímetro digital Mitutoyo (Kawasaki, Kanagawa, Japão) em espessura e diâmetro e depois foram montados na máquina de ensaio universal Emic DL 2000 (São José dos Pinhais, São Paulo, Brasil) com célula de carga de 1000N com velocidade de carregamento de 1 mm/min para a realização do teste, no laboratório de materiais dentários da PUCRS. Os resultados foram obtidos em Newton (N) e convertidos para megapascal (MPa) de acordo com a fórmula descrita abaixo (ANUSAVICE; SHEN; RAWLS, 2013):

$$\text{Compressão} = \frac{P}{\pi \times R^2}$$

Onde P é a carga máxima (N) e R o raio da secção transversal da amostra.

4.7 Análise estatística dos resultados

Os valores médios, o número de corpos de prova e o desvio padrão dos testes de rugosidade (μm), tração diametral (MPa) e compressão (MPa) foram determinados para os grupos GC, GT1 e GT2 com os gessos Durone e Fuji Rock. Em seguida, os dados foram tabulados e analisados através do *software* SPSS (*Statistical Package for the Social Sciences Version 13.0 for Windows*, SPSS Inc., Chicago, Illinois, USA).

Os resultados foram, inicialmente, submetidos ao teste de normalidade de *Kolmogorov-Smirnov* o qual apresentou distribuição normal para os respectivos testes ($p > 0,01$). Em seguida os dados foram submetidos a Análise de Variância de dois fatores, *two-way ANOVA*, tendo como fatores fixos os grupos (concentração de nanopartículas de sílica) e as marcas comerciais de gessos (Durone e Fuji Rock) seguido do teste de Tukey ao nível de significância de 5%.

5 RESULTADOS

5.1 Rugosidade superficial

Tabela 2 - Valores médios de rugosidade superficial

Material	Grupos	Rugosidade Superficial (μm) Médias (Desvio Padrão)
Durone	GC	0,55 (0,06) ^c
	GT1	0,36 (0,04) ^a
	GT2	0,28 (0,06) ^a
Fuji Rock	GC	0,47 (0,06) ^b
	GT1	0,31 (0,05) ^a
	GT2	0,35 (0,05) ^a

Letras distintas dispostas em colunas apresentam diferença estatisticamente significativa ao teste Tukey ao nível de 5%.

Observa-se na tabela 2 que os resultados variaram de 0,55 μm a 0,28 μm para Durone e de 0,47 μm a 0,31 μm para o Fuji Rock. Os grupos controles (GC) de ambos os gessos apresentaram maior rugosidade superficial quando comparados aos grupos com adição de partículas nanométricas de sílica (GT1 e GT2) ($p < 0,001$). Não houve diferença estatisticamente significativa nos valores de rugosidade entre GT1 e GT2 para os gessos Durone e Fuji Rock ($p > 0,05$).

5.2 Tração diametral

Tabela 3 - Valores médios de tração diametral

Material	Grupos	Tração Diametral (MPa)
		Médias (Desvio Padrão)
Durone	GC	6,03 (1,42) ^{ab}
	GT1	5,17 (0,87) ^{abc}
	GT2	5,02 (1,25) ^{bc}
Fuji Rock	GC	6,41 (0,50) ^a
	GT1	5,23 (1,11) ^{abc}
	GT2	4,56 (1,25) ^c

Letras distintas dispostas em colunas apresentam diferença estatisticamente significativa ao teste Tukey ao nível de 5%.

Na tabela 3, os resultados variaram de 6,03 MPa a 5,02 MPa para o Durone e de 6,41 MPa a 4,56 MPa para o Fuji Rock. Os GC apresentaram os maiores valores médios de DTS para os dois gessos, sem diferença estatisticamente significativa entre o GC e os GT1 e GT2 para o Durone ($p > 0,05$). Todavia para o Fujirock os valores do GT2 diminuíram significativamente a DTS quando comparados ao GC ($p < 0,05$).

5.3 Compressão

Tabela 4 - Valores médios de compressão

Material	Grupos	Compressão (MPa)
		Médias (Desvio Padrão)
Durone	GC	35,44 (5,92) ^{ab}
	GT1	32,70 (10,58) ^b
	GT2	32,44 (3,80) ^b
Fuji Rock	GC	42,97 (9,06) ^a
	GT1	31,22 (5,89) ^b
	GT2	29,86 (4,86) ^b

Letras distintas dispostas em colunas apresentam diferença estatisticamente significante ao teste Tukey ao nível de 5%.

Os resultados de compressão variaram de 35,44 MPa a 32,44 MPa para o Durone e de 42,97 MPa a 29,86 MPa para o Fuji rock (tabela 4). Os GC para ambos os gessos apresentaram os maiores valores médios para o teste de compressão. Para o Durone não houve diferença estatisticamente significante entre o GC e os GT1 e GT2 ($p > 0,05$). No entanto, para o Fujirock a adição de nanopartículas de sílica diminuiu significativamente a resistência à compressão para o GT1 e GT2 ($p < 0,05$) em comparação ao GC.

6 DISCUSSÃO

A hipótese nula foi parcialmente rejeitada. Houve uma menor rugosidade superficial estatisticamente significativa quando da adição de nanopartículas de sílica no gesso Durone e no gesso Fuji Rock ($p < 0,001$). Para DTS e compressão o Durone não apresentou diferença estatisticamente significativa entre os grupos ($p > 0,05$). Já o Fujirock apresentou uma redução significativa no GT2 em comparação ao GC ($p < 0,05$) para DTS e para compressão apresentou redução estatisticamente significativa entre o GT1 e GT2 em comparação ao GC ($p < 0,05$).

A média dos resultados de rugosidade superficial do gesso Durone após 24 horas foi de $0,55 \pm 0,06 \mu\text{m}$, semelhante aos resultados obtidos por De Cesero et al. (2014) de $0,48 \pm 0,11 \mu\text{m}$ e diferente dos resultados de Soares e Ueti (2001) de $0,73 \mu\text{m}$ para o gesso Vel-mix, tipo IV mineral. Quando da adição de nanopartículas de sílica, as médias dos resultados foram de $0,36 \pm 0,04 \mu\text{m}$ para o GT1 e $0,29 \pm 0,06 \mu\text{m}$ para o GT2, havendo diferença estatisticamente significativa entre os grupos GC e GT1 ($p < 0,001$) e GC e GT2 ($p < 0,001$) e não havendo diferença estatisticamente significativa entre os grupos GT1 e GT2 ($p > 0,05$). Para o gesso Fuji Rock, a média dos resultados de rugosidade superficial após 24 horas foi de $0,47 \pm 0,06 \mu\text{m}$, semelhante aos resultados de De Cesero et al. (2014) de $0,36 \pm 0,09 \mu\text{m}$ e de Fan, Powers e Reid (1981) de $0,57 \pm 0,13 \mu\text{m}$ para o gesso Duroc tipo IV sintético e de $0,40 \pm 0,07 \mu\text{m}$ para o gesso Silky Rock, tipo IV sintético. Resultados diferentes de Rodrigues, Curtis e Bartlett (2009) de $0,97 \mu\text{m}$ e Dias et al. (2007) de $0,85 \mu\text{m}$ para o gesso Tuff Rock, tipo IV sintético. Quando da adição de nanopartículas de sílica, as médias dos resultados foram de $0,31 \pm 0,05 \mu\text{m}$ para o GT1 e $0,35 \pm 0,05 \mu\text{m}$ para o GT2, havendo diferença estatisticamente significativa entre os grupos GC e GT1 ($p < 0,001$) e os grupos GC e GT2 ($p < 0,001$) e não havendo diferença estatisticamente significativa entre os grupos GT1 e GT2 ($p > 0,05$).

A melhora nos resultados de rugosidade superficial dos gessos estudados após a adição de nanopartículas de sílica pode ser explicada pela deposição entre as partículas dos gessos, nos espaços deixados pela evaporação da água. A deposição está relacionada à funcionalização das nanopartículas (NH_2), capazes de se ligarem a água (H_2O), contida na mistura pó/líquido. Sendo assim, as superfícies dos gessos tornam-se mais lisas, com espaços interparticulares menores. Esses

resultados têm uma relevante importância clínica, pois a adição de nanopartículas de sílica aos gessos tipo IV Durone, mineral e Fuji Rock, sintético, acarretam um modelo de gesso mais liso, isto é, com rugosidade superficial menor. Essa lisura nos modelos de gesso facilitará e gerará um padrão de cera ou um escaneamento, no caso de próteses confeccionadas pelo sistema Cad-Cam, mais justo e preciso no troquel de gesso, produzindo próteses mais adaptadas e com maior longevidade, dando mais segurança aos profissionais e aos pacientes.

A média dos resultados de DTS obtidas com o gesso Durone após 24 horas foi de $6,03 \pm 1,42$ MPa, semelhante aos resultados de De Cesero et al. (2014) de $8,01 \pm 2,31$ MPa, de Azer, Kerby e Knobloch (2008) de $4,2 \pm 0,7$ MPa para o gesso Silky-Rock, tipo IV mineral e de $5,2 \pm 1,0$ MPa (Snap-Stone, tipo IV mineral). Resultado semelhante ao trabalho de Mota, Oshima e Pires (2006) de $5,09 \pm 0,74$ MPa para o gesso Vel-Mix, tipo IV mineral. Quando da adição de nanopartículas de sílica, as médias dos resultados foram de $5,17 \pm 0,87$ MPa para o GT1 e $5,02 \pm 0,72$ MPa para o GT2, não havendo diferença estatisticamente significativa entre os grupos GC, GT1 e GT2 ($p > 0,05$). Para o gesso Fuji Rock os resultados de DTS após 24 horas foram de $6,41 \pm 0,50$ MPa, semelhante aos resultados de De Cesero et al. (2014) de $7,60 \pm 2,07$ MPa e diferente do resultado de Casemiro et al. (2006) de $3,88$ MPa e de Mota, Oshima e Pires (2006) de $8,43 \pm 0,83$ MPa para o gesso Fuji Rock. Quando da adição de nanopartículas de sílica, as médias dos resultados foram de $5,23 \pm 1,11$ MPa para o GT1 e $4,56 \pm 1,25$ MPa para o GT2, não havendo diferença estatisticamente significativa entre os grupos GC e GT1 e o GT1 e GT2 ($p > 0,05$). Houve diferença estatisticamente significativa entre os grupos GC e GT2 ($p < 0,05$).

A média dos resultados de compressão obtidas com o gesso Durone após 24 horas foi de $35,44 \pm 5,92$ MPa, semelhante aos resultados de De Cesero et al. (2014) de $43,79 \pm 8,89$ MPa, Abdullah (2006) de $38,27$ MPa (Excalibur, tipo IV mineral) e Azer, Kerby e Knobloch (2008) de $37,8 \pm 3,1$ MPa (Silky-Rock, tipo IV mineral) e de $45,0 \pm 4,6$ MPa para o gesso Snap-Stone, tipo IV mineral. Resultados diferentes foram obtidos por Soares e Ueti (2001) de $51,93$ MPa para o gesso Vel-mix, tipo IV mineral. Quando da adição de nanopartículas de sílica, as médias dos resultados foram de $32,70 \pm 10,58$ MPa para o GT1 e $32,44 \pm 3,80$ MPa para o GT2. Não houve diferença estatisticamente significativa entre os grupos GC, GT1 e GT2 ($p > 0,05$) para o gesso Durone. Para o gesso Fuji Rock os resultados de

compressão após 24 horas foram de $42,97 \pm 9,06$ MPa, diferente dos resultados de De Cesero et al. (2014) de $61,66 \pm 8,22$ MPa e de Casemiro et al. (2006) de $59,59$ MPa. Quando da adição de nanopartículas de sílica, as médias dos resultados foram de $31,22 \pm 5,89$ MPa para o GT1 e $29,86 \pm 4,69$ MPa para o GT2. Houve diferença estatisticamente significativa entre os grupos GC e GT1 e o GC e GT2 ($p < 0,05$). Não houve diferença estatisticamente significativa entre os grupos GT1 e GT2 ($p > 0,05$).

As nanopartículas de sílica, uma carga inorgânica, foram adicionadas aos gessos buscando melhorar suas propriedades mecânicas (WILSON; ANTONUCCI, 2006; CHEN, 2010). Foi escolhida por ser uma partícula de carga usada com sucesso em diversos materiais odontológicos comerciais e experimentais (MITRA; WU; HOLMES, 2003). Os primeiros testes foram executados com nanopartículas de sílica puras, isto é, sem funcionalização, adicionadas aos gessos. Porém, seus resultados não foram satisfatórios, interferiram negativamente nos resultados das propriedades mecânicas testadas. A funcionalização das partículas com grupos de NH_2 proporcionou uma interação química com a água (H_2O) presente na mistura pó/líquido dos gessos, influenciando positivamente nos resultados de rugosidade superficial e não sendo estatisticamente significativa nos resultados de DTS e compressão para o Durone. A próxima etapa será uma funcionalização das nanopartículas de sílica que além da ligação química com a água ligue-se quimicamente ao sulfato de cálcio (CaSO_4), forma química dos gessos odontológicos.

As propriedades mecânicas dos gessos odontológicos são influenciadas por diversos fatores (DE CESERO et al., 2014). A proporção água/pó tem um efeito fundamental na resistência dos gessos (CRAIG, 2012; ANUSAVICE; SHEN; RAWLS, 2013), bem como a temperatura da água usada na mistura (CRAIG, 2012). O tempo e o método de espatulação (manual/mecânica a vácuo) também tem papel importante nas propriedades mecânicas dos gessos, principalmente na DTS e compressão (AZER; KERBY; KNOBLOCH, 2008). O tamanho e a forma das partículas dos gessos influenciam suas propriedades bem como a adição de aditivos que alteram o tempo de presa (FAN; POWERS; REID, 1981; ANUSAVICE; SHEN; RAWLS, 2013). Nos estudos de Soares e Ueti (2001), Abdelaziz, Combe e Hodges (2002), Twomey et al. (2003), Lucas, Ribeiro e Butignon (2009) e Sunita, Sridevi e Kalavathy (2010) quando adicionadas soluções de hipoclorito de sódio, hipoclorito de cálcio, povidine iodado e glutaraldeído em diversas concentrações para a

desinfecção dos modelos de gessos, as propriedades mecânicas como alteração dimensional, rugosidade superficial, DTS e compressão foram negativamente alteradas. No entanto, todos esses fatores que poderiam influenciar positivamente ou negativamente nas propriedades mecânicas dos gessos foram controlados neste estudo, seguindo as recomendações dos fabricantes (tabela 1) para cada tipo de material e controlando a temperatura e umidade do ambiente e a temperatura da água.

Dentro das limitações deste estudo, o tamanho das nanopartículas de sílica, a sua funcionalização e diferentes concentrações de partículas adicionadas aos gessos poderiam alterar os resultados. Novas pesquisas poderão ser realizadas testando outras propriedades mecânicas, químicas e físicas dos gessos, como resistência superficial, resistência à abrasão, reprodução de detalhes, compatibilidade com os materiais de moldagem, tempo e contração de presa e viscosidade. Também poderão ser utilizadas outras marcas comerciais e outros tipos de gessos odontológicos.

7 CONCLUSÕES

Baseado nos resultados obtidos e na análise estatística utilizada, as seguintes conclusões foram registradas:

- a) A rugosidade superficial diminuiu estatisticamente para os gessos Durone e Fuji Rock ($p < 0,001$) quando adicionadas nanopartículas de sílica, tanto no GT1 e GT2.
- b) Para a DTS não houve aumento dos valores quando adicionadas as nanopartículas de sílica nos gessos estudados ($p > 0,05$), ocorrendo uma redução estatisticamente significativa entre os GC e GT2 para o gesso Fuji Rock ($p < 0,05$).
- c) Para a compressão não houve aumento estatisticamente significativo dos valores para o Durone quando adicionadas as nanopartículas de sílica ($p < 0,05$), todavia para o Fuji Rock houve uma redução estatisticamente significativa na resistência a compressão nos GT1 e GT2 quando comparados ao GC ($p < 0,05$).

REFERÊNCIAS

ABDELAZIZ, K. M.; COMBE, E. C.; HODGES, J. S. The effect of disinfectants on the properties of dental gypsum: 1. mechanical properties. **Journal of Prosthodontics**, v. 11, p. 161-67, 2002.

ABDULLAH, M. A. A. Surface detail, compressive strength and dimensional accuracy of gypsum casts after repeated immersion in hypochlorite solution. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 95, n. 6, p. 462-68, 2006.

AMERICAN DENTAL ASSOCIATION. Specification n° 25 for dental gypsum products. **Journal of the American Dental Association**, v. 102, p. 244-53, 1981.

ANUSAVICE, K. J.; SHEN, C.; RAWLS, H. R. **Phillips' Science of Dental Materials**. 12th ed. Philadelphia: Elsevier, 2013. 572 p.

AZER, S. S.; KERBY, R. E.; KNOBLOCH, L. A. Effect of mixing methods on the physical properties of dental stones. **Journal Dentistry**, v. 36, p. 736-44, 2008.

CASEMIRO, L. A.; HAMIDA, H. M.; PANZERI, H.; PIRES-DE-SOUZA, F. C. Materiais para moldagem: avaliação dos tempos de presa, das resistências à tração e das partículas (MEV). **Revista Odonto Ciência**, v. 21, n. 53, p. 207-11, 2006.

CHEN, M. H. Update on dental nanocompósitos. **Journal of Dental Research**, v. 89, p. 549-60, 2010.

CRAIG, R. G. **Restorative Dental Materials**. 12th ed. Mosby: St. Louis, 2006. 365 p.

CRAIG, R. G.; POWERS, J. M.; WATAHA, J. C. **Materiais Dentários – propriedades e manipulação**. 7 ed. São Paulo: Editora Santos, 2002. 325 p.

DE CESERO, L.; MOTA, E. G.; BURNETT JR, L. H.; SPOHR, A. M. The influence of postpouring time on the roughness, compressive strength and diametric tensile strength of dental stones. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 112, p. 1573--77, 2014.

DIAS, S. C. **Resina epóxica carregada com diatomita para confecção de modelos odontológicos**. 2003. 288 p. Dissertação (Mestrado em Odontologia) - Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto, Universidade de São Paulo, Ribeirão Preto, 2003.

DIAS, S. C.; ÁVILA, G. B.; PANZERI, H.; MOYSES, M. R.; REIS, A. C.; AGNELLI, J. A. M. Rugosidade de diferentes tipos de gesso e dois tipos de resina epóxica utilizados como materiais de vazamento e análise da compatibilidade das resinas com materiais de moldagem. **Revista de Odontologia da UNESP**, v. 36, n. 1, p. 1-8, 2007.

DUKE, P.; MOORE, B. K.; HAUG, S. P.; ANDRES, C. J. Study of the physical properties of type IV gypsum, resin-containing, and epoxy die materials. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 83, p. 466-73, 2000.

FAN, P. L.; POWERS, J. M.; REID, B. C. Surface mechanical properties of stones, resin and metal dies. **Journal of the American Dental Association**, v. 103, p. 408-11, 1981.

HERSEK, N.; CANAY, S.; AKÇA, K.; ÇİFTÇİ, Y. Tensile strenght of type IV stones dried in a microwave oven. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 87, n. 5, p. 499-502, 2002.

LINDQUIST, T. J.; STANDFORD, C. M.; MOSTAFAVI, H.; XIE, X. J. Abrasion resistance of a resin-impregnated type IV gypsum in comparison to conventional products. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 87, p. 319-22, 2002.

LUCAS, M. G.; RIBEIRO, J. G. R.; BUTIGNON, L. E. Efeito da incorporação de hipoclorito de cálcio em gesso tipo III sobre a estabilidade dimensional, resistência à tração diametral e à compressão. **Ciência Odontológica Brasileira**, v. 12, n. 1, p. 63-9, 2009.

MICHALAKIS, K. X.; ASAR, V.; KAPSAMPELI, V.; MAGKAVALI-TRIKKA, P.; PISSIOTIS, A. L.; HIRAYMA, H. Delayed linear dimensional changes of five high strenght gypsum products used for the fabrication of definitive casts. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 108, p. 189-95, 2012.

MITRA, S. B.; WU, D.; HOLMES, B. N. An application of nanotechnology in advanced dental materials. **Journal of the American Dental Association**, v. 134, p. 1382-89, 2003.

MOTA, E. G.; OSHIMA, H. M. S.; PIRES, L. A. G. Comparação da resistência à tração diametral de gesso tipo IV mineral e reforçado por resina. **Revista de Passo Fundo**, v. 11, n. 1, p. 61-4, 2006.

PEREIRA, P. H.; DIAS, S. C.; ÁVILA, G. B.; RIBEIRO, J. C. R.; MOYSÉS, M. R.; AGNELLI, J. A. M.; PEREIRA, L. J. Avaliação do comportamento mecânico de modelos odontológicos obtidos em resina de poliuretano. **Arquivos em Odontologia** v. 46, n. 1, p. 17-21, 2010.

RODRIGUEZ, J. M.; CURTIS, R. V.; BARTLETT, D. W. Surface roughness of impression materials and dental stone scanned by non-contacting laser profilometry. **Journal Dentistry**, v. 25, p. 500-05, 2009.

SCWEDHELM, E. R.; LEPE, X. Fracture estrenght of type V die stone as a function of time. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 78, n. 6, p. 554-59, 1997.

SOARES, C. R.; UETI, M. Influência de diferentes métodos de desinfecção química nas propriedades físicas de troquéis de gesso tipo IV e V. **Pesquisa Odontológica Brasileira**, v. 15, n. 4, p. 334-40, 2001.

STÖBER, W.; FINK, A.; BOHN, E. Controlled growth of monodisperse silica spheres in the micron size range. **Journal of Colloid and Interface Science**, v. 26, p. 62-9, 1968.

SUNITA, M. R.; SRIDEVI, J.; KALAVATHY, N. An evaluation of the mechanical properties of type III and type IV gypsum mixed with two disinfectant solutions. **Indian Journal Dentistry Restorative**, v. 21, n. 3, p. 374-79, 2010.

TRIPATHI, A.; GUPTA, A.; MISHRA, L.; MADHOK, R. Comparison of the effect of addition cyanoacrylate, epoxy resin and gum arabic on surface hardness of die stone. **Journal of Prosthodontics**, v. 25, p. 235-40, 2016.

TWOMEY, J. O.; ABDELAZIZ, K. M.; COMBE, E. C.; ANDERSON, D. L. Calcium hypochlorite as a disinfecting additive for dental stone. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 90, p. 282-88, 2003.

WILSON, K. S.; ANTONUCCI, J. M. Interphase structure-property relationships in thermoset dimethacrylate nanocomposites. **Dental Materials**, v. 22, p. 995-1001, 2006.

VAN NOORT, R. **Introdução aos Materiais Dentários**. 2. ed. Porto Alegre: Artmed, 2004. 344 p.

VASCONCELOS, J. A.; LADEIRA, L. O.; DE SOUZA, L. A. C.; LACERDA, R. G.; DIAS, S. C.; OLIVEIRA, S. **Nanocompósito de gesso com nanoestruturas de carbono, seu método de obtenção e usos relacionados**. Patente Nacional Br n. 0901141-2 A2, 16 nov. 2010.

ANEXO A - Carta de Aprovação do Comitê de Ética da Faculdade de Odontologia da PUCRS



SIPESQ
Sistema de Pesquisas da PUCRS



Código SIPESQ: 7035

Porto Alegre, 16 de dezembro de 2015.

Prezado(a) Pesquisador(a),

A Comissão Científica da FACULDADE DE ODONTOLOGIA da PUCRS apreciou e aprovou o Projeto de Pesquisa "INFLUÊNCIA DA ADIÇÃO DE PARTÍCULAS DE SÍLICA NANOMÉTRICAS NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DE GESSOS ODONTOLÓGICOS" coordenado por EDUARDO GONCALVES MOTA. Caso este projeto necessite apreciação do Comitê de Ética em Pesquisa (CEP) e/ou da Comissão de Ética no Uso de Animais (CEUA), toda a documentação anexa deve ser idêntica à documentação enviada ao CEP/CEUA, juntamente com o Documento Unificado gerado pelo SIPESQ.

Atenciosamente,

Comissão Científica da FACULDADE DE ODONTOLOGIA

ANEXO B - Carta do Laboratório de Síntese de Materiais Nanoestruturados

Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul
Centro Interdisciplinar de Nanociência e Micro-Nanotecnologia
(NanoPUCRS)



Porto Alegre, 20 de Outubro de 2015

Ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia
Nesta Universidade

Prezados Srs,

Desde o início de 2015, estamos implementando uma parceria com o Prof. Dr. Eduardo Mota no sentido de desenvolver sistemas nanoestruturados para aplicação em materiais dentários. Esse trabalho está associado ao projeto de doutorado de Leonardo De Cesero intitulado "INFLUÊNCIA DA ADIÇÃO DE PARTÍCULAS DE SÍLICA NANOMÉTRICAS NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DE GESSOS ODONTOLÓGICOS". Através do Laboratório de Síntese de Materiais Nanoestruturados (LASINE), da Faculdade de Física estamos sintetizando e caracterizando nanopartículas puras de óxido de silício em diferentes tamanhos que estão sendo fornecidas ao Leonardo para seus estudos odontológicos. Essa pesquisa de caráter interdisciplinar, tem todo o apoio do NanoPUCRS para a sua execução.

Sem mais para o momento, colocamo-nos à sua disposição para quaisquer esclarecimentos.

Atenciosamente,



Prof. Ricardo Papaléo
Coordenador
Prof. Ricardo Mourer Papaléo
Faculdade de Física
PUCRS

ANEXO C – E-mail com Aceitação da Publicação do Artigo na Revista The Journal of Prosthetic Dentistry

De: eesserver@eesmail.elsevier.com

Enviado em: quinta-feira, 5 de janeiro de 2017 14:58

Para: leonardo@leonardodecesero.com.br

Assunto: Your Submission to The Journal of Prosthetic Dentistry

Jan 05, 2017

Re: Manuscript # JPD-D-16-00702R3

Dear LEONARDO,

Thank you for submitting your manuscript # JPD-D-16-00702R3, entitled "The addition of silica nanoparticles on the mechanical properties of dental stone."

I am pleased to inform you that your paper has been accepted for publication in The Journal of Prosthetic Dentistry.

Thank you for submitting your work to The Journal of Prosthetic Dentistry.

Yours sincerely,

Stephen F Rosenstiel, BDS, MSD

Editor

The Journal of Prosthetic Dentistry

<http://www.thejpd.org>

ANEXO C – Artigo Publicado

The addition of silica nanoparticles on the mechanical properties of dental stones

Leonardo De Cesero, DDS, MDS, PhD^a

Elisa Magno Nunes de Oliveira, MDS, PhD^b

Luiz Henrique Burnett Junior, DDS, MDS, PhD^c

Ricardo Meurer Papaléo, DDS, MDS, PhD^d

Eduardo Gonçalves Mota, MDS, PhD^c

^a Postgraduate Student, Program in Dentistry, PUCRS, Porto Alegre, Brazil

^b Postgraduate Student, Program in Physical, PUCRS, Porto Alegre, Brazil

^c Clinical Department, Program in Dentistry, PUCRS, Porto Alegre, Brazil

^d Coordinator, Interdisciplinary Center of Nanoscience and Micro-Nanotechnology, PUCRS, Porto Alegre, Brazil

Support: CNPq n° 870025/2003-1; CNPq n° 484550/2012-8.

Corresponding author:

Dr. Leonardo de Cesero

Rua Monte Castelo 22/ apto 42

Zip code: 95082-170

Caxias do Sul, RS, Brasil.

leonardo@leonardodecesero.com.br

ABSTRACT

Purpose. The purpose of this in vitro study was to evaluate the mechanical properties of dental stone with the addition of silica nanoparticles at different concentrations.

Statement of problem. The current application of nanotechnology in dentistry is limited to nanoparticles incorporated in adhesive systems and composite resins. Dental stone is a widely used material, and the incorporation of silica nanoparticles is still unexplored.

Materials and methods. A total of 180 specimens were prepared, 90 for each dental stone (Durone and Fuji Rock). For the control group (CG), no silica particles were added, while test group a (TGnI) had silica nanoparticles added to 1 wt%, and test group b (TGnV) had silica nanoparticles added to 5 wt%. The roughness, diametral tensile strength (DTS), and compressive strength were measured 24 hours after the start of spatulation.

Results. The mean roughness values for Durone were 0.55, 0.36, and 0.28 μm for the CG, TGnI, and TGnV; for Fuji Rock, the mean roughness values were 0.47, 0.31, and 0.35 μm for the CG, TGnI, and TGnV. The mean DTS values for Durone were 6.0, 5.1, and 5.0 MPa for the CG, TGnI, and TGnV; for Fuji Rock, the mean DTS values were 6.4, 5.2, and 4.5 MPa for the CG, TGnI, and TGnV. The mean compressive strength values for Durone were 35.4, 32.7, and 32.4 MPa for the CG, TGnI, and TGnV; for Fuji Rock, the mean compressive strength values were 42.9, 31.2, and 29.8 MPa for the CG, TGnI, and TGnV.

Conclusions. Surface roughness was statistically lower for the Durone and Fuji Rock stones ($P < .001$) when silica nanoparticles were added. For DTS and

compressive strength, the addition of silica nanoparticles did not significantly affect Durone when compared with the control group ($P > .05$), but affected Fuji Rock in DTS when 5 wt% was added, and in both concentration in compressive strength ($P < .05$).

CLINICAL IMPLICATIONS

Smoother dental stone casts will generate more accurate wax patterns or scans, thus enabling the development of prostheses with improved fit and longevity.

INTRODUCTION

Alternative die systems have been studied and proposed to obtain more accurate and resistant stone casts, including metal dies,^{1,2} synthetic gypsum,³⁻⁸ type V stone,⁹⁻¹³ epoxy resin,¹⁴ cyanoacrylate, and gum arabic.¹⁵ The main reason for their widespread use is that gypsum-based materials have a unique nature, and their properties can easily be modified by physical and chemical methods.^{2,16}

Inorganic filler particles are used in dental materials to increase their strength.¹⁷ Particles such as quartz, colloidal silica, silica glass containing barium, strontium, and zirconia, among others, have been commonly used in dental materials as different types of inorganic fillers. Different shapes and sizes of filler particles are used in commercial products, which can affect the properties of the materials.¹⁸ An important and recent change in inorganic fillers was the application of nanotechnology to the development of dental products, with the main goal of improving their mechanical properties.¹⁹

With the emergence of nanoscale technology, several materials have been influenced by these technological advancements, including adhesives and composite resins. Such materials have improved their mechanical and physical properties, leading to better clinical performance.¹⁷⁻¹⁹ With improvements in this technology, new dental materials with nanoparticles are expected to arise.

The aim of this study is to evaluate the behavior of the mechanical properties of type IV stones following the addition of silica nanoparticles at different concentrations. The null hypothesis is that the addition of these particles will not change the mechanical properties of the dental stones studied.

MATERIALS AND METHODS

The materials used in the study are described in Table 1. A total of 180 specimens were prepared, 90 for each stone (Durone and Fuji Rock). In the control group (CG), no silica particles were added to the composition. In test group a (TGnI), 1 wt% of silica nanoparticles was added to the composition, and in test group b (TGnV), 5 wt% of silica nanoparticles was added. For each group (n=10),^{5,10,11,20} surface roughness, diametral tensile strength (DTS), and compressive strength tests were measured 24 hours after spatulation.

Insert Table 1.

The specimens used in the mechanical tests were prepared with the aid of two silicone molds (Express; 3M ESPE). For the surface roughness and DTS tests, the specimens measured 6 mm in width and 3 mm in height, whereas the specimens used for the compressive strength test measured 3 mm in width and 6 mm in height. The stone powder and the silica nanoparticles were weighed using a precision digital scale (EC-301 SL; GAMA), and distilled water was measured using a 10-mL glass pipette (Satelit) as recommended by the stones' manufacturers (Table 1) and according to the test groups for the silica nanoparticles. The stones were mechanically spatulated under a vacuum (Polidental) following the time recommended by the manufacturers (Table 1) and poured into the mold under vibration. Then, glass slabs were placed at the top and bottom of the mold to assist in the preparation of the specimens.

One hour after the spatulation of the stones, the specimens were removed from the molds, and their quality was analyzed with the aid of a stereo microscope (10x magnification), discarding specimens with any defect, bubbles or cracks. The

selected specimens were stored for 24 hours under controlled temperature conditions ($25\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 3\text{ }^{\circ}\text{C}$) for further mechanical tests.

The silica nanoparticles were produced at the Interdisciplinary Center of Nanoscience and Micro Nanotechnology, Pontifical Catholic University of Rio Grande do Sul, using the Stöber and Fink method.²¹ Briefly, ultrapure water (Milli-Q System; Merck Millipore), ethanol (Sigma Aldrich) and ammonium hydroxide (Merck) were mixed in a ratio of 1:1:0.1 (v/v) then added to an Erlenmeyer flask and magnetically stirred until forming a homogeneous solution (mixture 1). In a separatory funnel, tetraethyl orthosilicate (Sigma-Aldrich) and ethanol in a ratio of 1:15 (v/v) were also mixed, and the solution was homogenized (mixture 2). Mixture 2 was dropped into mixture 1. The system was kept under constant magnetic stirring for 4 hours, at room temperature ($\pm 25^{\circ}\text{C}$).

The mixture was centrifuged twice at 3000 rpm for 30 minutes using a KC5 (Kindly) centrifuge to completely separate the nanoparticles. The remaining liquid was discarded, and ethanol was added to wash the nanoparticles; four ethanol washings were performed in total. The nanoparticle powder was dried in an oven dryer at $120\text{ }^{\circ}\text{C}$ for 2 hours. The silica nanoparticles were functionalized with NH_2 groups using the reagent 3-aminopropyl triethoxysilane (Merck), according to previously published study.²² The average size of the particles was $80 \pm 20\text{ nm}$. To confirm functionalization, physicochemical analyses were conducted by infrared spectroscopy (FTIR, data not shown).

A Surface Roughness Tester (SJ 201; Mitutoyo) was used to measure the mean surface roughness. One reading was performed per specimen. The reading was taken at the center of the specimen, which was determined using a digital caliper (Mitutoyo). The tip was moved across the surface of the specimen over a limited

distance of 2.5 mm. For the DTS test, the stone casts were mounted on a universal testing machine (DL 2000; Emic) with a load cell of 500 N and a 0.5 mm/min load speed. The compressive strength test was carried out in the same machine according to the American National Standards Institute/American Dental Association Specification no. 25 for dental stone²³ with a load cell of 1000 N and a 1 mm/min cross-head speed. The study data were tabulated and analyzed using Statistical Package for the Social Sciences 13.0 for Windows (SPSS Inc.). The data were compared using two-way analysis of variance of variance with fixed factors (groups and dental stone) and the Tukey test ($\alpha=.05$).

RESULTS

Table 2 shows that the surface roughness values ranged from 0.55 μm to 0.28 μm for Durone and from 0.47 μm to 0.31 μm for Fuji Rock. A significant interaction could be recorded between the amount of silica nanoparticles added and roughness ($df= 2$, $F=8.22$, $P=.001$). The CGs for both stones had greater surface roughness values compared with the groups with added silica nanoparticles (TGnI and TGnV) ($df= 5$, $F= 28.156$, $P=.001$). There was no statistically significant difference in surface roughness values between TGnI and TGnV for either Durone or Fuji Rock ($P>.05$).

Insert Table 2.

In Table 3, the results showed statistical difference ($df= 5$, $F= 4.417$, $P=.002$) ranging from 6.03 MPa to 5.02 MPa for Durone and from 6.41 MPa to 4.56 MPa for Fuji Rock. The group factor has a significant interaction with DTS ($df= 2$, $F=8.279$, $P=.001$). The CG had the highest mean DTS values for both stones, with no statistically significant difference between the CG and either TGnI or TGnV for Durone ($P>.05$). However, for Fuji Rock, the DTS was significantly lower for TGnV than for the CG ($P<.05$).

Insert Table 3

There was a significant difference ($df= 5$, $F= 4.454$, $P=.002$) in compressive strength results and ranged from 35.44 MPa to 32.44 MPa for Durone and from 42.97 MPa to 29.86 MPa for Fuji Rock (Table 4). A significant interaction between groups (CG, TGnI, and TGnV) and the compressive strength was stated ($df= 2$, $F=12.983$, $P=.001$). The CGs for both stones had the highest mean compressive strength. For Durone, there was no statistically significant difference between the CG

and either TGnI or TGnV ($P > .05$). However, for Fuji Rock, the addition of silica nanoparticles significantly decreased the compressive strength for both groups tests ($P < .05$) compared with control group.

Insert Table 4.

DISCUSSION

The null hypothesis was partially rejected. The surface roughness was statistically significantly lower when silica nanoparticles were added to the Durone and the Fuji Rock stones ($P < .001$). For DTS and compressive strength, Durone showed no statistically significant difference between its one variation of subgroups ($P > .05$). However, Fuji Rock demonstrated a significant reduction in DTS in TGnV compared with the CG ($P < .05$), whereas there was a statistically significant decrease in compressive strength for both groups tests compared with the control group ($P < .05$).

The mean surface roughness for the Durone stone was $0.55 \mu\text{m}$, which is similar to $0.48 \mu\text{m}$ obtained by De Cesero, Mota, Burnett Jr, and Spohr⁵ but different from $0.73 \mu\text{m}$ obtained by Soares and Ueti²⁰ (Vel-mix, type IV mineral). After the addition of the silica nanoparticles, the mean surface roughness decreased to $0.36 \mu\text{m}$ for TGnI and $0.29 \mu\text{m}$ for TGnV, with a statistically significant difference between the CG and TGnI ($P < .001$) as well as between the CG and TGnV ($P < .001$) but with no statistically significant difference between TGnI and TGnV ($P > .05$). For the Fuji Rock stone, the mean surface roughness after 24 hours was $0.48 \mu\text{m}$, similar to the results of a previously published study⁵ by $0.36 \mu\text{m}$ and observed by Fan, Powers, and Reid¹ $0.57 \mu\text{m}$ (type IV synthetic Duroc stone) and $0.40 \mu\text{m}$ (type IV synthetic Silky Rock stone); different from $0.97 \mu\text{m}$ obtained by Rodrigues, Curtis, and Bartlett.⁹ After the addition of the silica nanoparticles, the mean values were $0.31 \mu\text{m}$ for TGnI and $0.35 \mu\text{m}$ for TGnV, with a statistically significant difference between the CG and TGnI ($P < .001$) and the CG and TGnV ($P < .001$) and no statistically significant difference between both groups tests ($P > .05$).

The improvement in the surface roughness values of the studied stones after adding silica nanoparticles can be explained by the deposition of these particles between the stone molecules in the spaces left by the absorption of water. The deposition is related to the functionalization of the nanoparticles, which are able to bind to the water molecules contained in the powder/liquid mixture. Therefore, the surfaces of the stones become smoother, with smaller intermolecular spaces.

The mean DTS obtained for the Durone stone was 6.0 ± 1.4 MPa, similar to 8.0 ± 2.3 MPa obtained by De Cesero, Mota, Burnett Jr, and Spohr⁵ and Azer, Kerby, and Knobloch¹¹ that obtained 4.2 ± 0.7 MPa (type IV mineral Silky-Rock) and 5.2 ± 1.0 MPa (type IV mineral Snap-Stone). After the addition of the silica nanoparticles, the mean values were 5.1 ± 0.8 MPa for TGnI and 5.0 ± 0.7 MPa for TGnV, with no statistically significant difference between the CG and both groups tests ($P > 0.05$). For the Fuji Rock stone, the mean DTS was 6.4 ± 0.5 MPa, similar to the previous results⁵ 7.6 ± 2.0 MPa. After the addition of the silica nanoparticles, the mean values were 5.2 ± 1.1 MPa for TGnI and 4.5 ± 1.2 MPa for TGnV, with no statistically significant difference between the CG and TGnI or between TGnI and TGnV ($P > .05$). There was a statistically significant difference between the CG and TGnV ($P < .05$).

The mean compressive strength of the Durone stone was 35.4 ± 5.9 MPa, similar to 43.7 ± 8.8 MPa obtained by De Cesero, Mota, Burnett Jr, and Spohr,⁵ 38.2 MPa (type IV mineral Excalibur) from Abdullah⁴ and 37.8 ± 3.1 MPa (type IV mineral Silky-Rock) and 45.0 ± 4.6 MPa (type IV mineral Snap-Stone) described by Azer, Kerby, and Knobloch.¹¹ Different results were obtained by Soares and Ueti²⁰ who found a compressive strength of 51.9 MPa for type IV mineral Vel-mix stone. After the addition of silica nanoparticles, the mean values were 32.7 ± 10.5 MPa for TGnI and 32.4 ± 3.8 MPa for TGnV. There was no statistically significant difference

between the CG, TGnI and TGnV ($P>.05$) for Durone. For Fuji Rock, the mean compressive strength was 42.9 ± 9.0 MPa, which differed from 61.6 ± 8.2 MPa cited in previous study.⁵ After the addition of silica nanoparticles, the mean values were 31.2 ± 5.8 MPa for TGnI and 29.8 ± 4.6 MPa for TGnV. There was a statistically significant difference between the CG and TGnI and between the CG and TGnV ($P<.05$). There was no statistically significant difference between both groups tests ($P>.05$).

The silica nanoparticles, an inorganic filler, were added to the stones to improve their mechanical properties.¹⁷ This filler was chosen because it has been successfully used in several commercial and experimental dental materials.¹⁹ The pilot tests were performed with pure silica nanoparticles (that is, without functionalization) added to the stones. However, the results were not satisfactory, worsening the mechanical properties tested. The functionalization of the silica particles with NH_2 groups enabled a chemical interaction with the water present in the powder/liquid mixture of the stones, improving the results of the mechanical tests proposed in this study. The next step might be functionalization of silica nanoparticles that, in addition to the chemical bonds with water, would enable the silica to chemically bond to calcium sulfate (CaSO_4), the chemical composing the dental stones.

The mechanical properties of dental stones are affected by several factors.⁵ The water/powder ratio has a fundamental effect on the strength of the stones,^{2,16} as does the temperature of the water used in spatulation.² The spatulation duration and method (manual/mechanical) also has a key role in the mechanical properties of dental stones, especially with respect to DTS and compressive strength.¹¹ The size and shape of the particles of the dental stones influence their properties,²² as does the addition of additives that alter the setting time.^{1,16} However, all of these factors

that could positively or negatively influence the mechanical properties of the stones were controlled in this study by following the recommendations of the manufacturers of each type of material and by controlling the temperature and humidity of the environment and the water temperature.

Regarding the limitations of this experiment, the size of the silica nanoparticles, their functionalization and the different concentrations of particles added to the stones could influence the results of this study. New studies can be conducted to test other mechanical, chemical, and physical properties of the stones. Other commercial brands and types of dental stones can also be used.

CONCLUSIONS

Based on the results obtained and the statistical analysis performed, the following conclusions were reached:

- a) The surface roughness was significantly decreased for the Durone and Fuji Rock stones ($P < .001$) after the addition of silica nanoparticles in both concentrations (1 and 5%).
- b) The DTS did not affect when the silica nanoparticles were added to the Durone stone ($P > .05$), however there was a significant reduction when 5 wt% was added to Fuji Rock stone when compared to the control group ($P < .05$).
- c) The compressive strength was not changed for Durone when the silica nanoparticles were added ($P > .05$). However, for Fuji Rock, there was a significant decrease in compressive strength when both concentrations were added ($P < .05$).

REFERENCES

1. Fan PL, Powers JM, Reid BC. Surface mechanical properties of stone, resin and metal dies. *J Am Dent Assoc* 1981;103:408-11.
2. Craig RG. *Restorative dental materials*. 12th ed. St. Louis: Mosby/Elsevier; 2006. p. 185-208.
3. Harris PE, Hoyer S, Lindquist TJ, Standford CM. Alteration of surface hardness with gypsum die hardness. *J Prosthet Dent* 2004;92:35-8.
4. Abdullah MA. Surface detail, compressive strength and dimensional accuracy of gypsum casts after repeated immersion in hypochlorite solution. *J Prosthet Dent* 2006;95:462-8.
5. De Cesero L, Mota EG, Burnett Jr LH, Spohr AM. The influence of postpouring time on the roughness, compressive strength and diametric tensile strength of dental stones. *J Prosthet Dent* 2014;112:1573-7.
6. Hersek N, Canay S, Akça K, Çiftçi Y. Tensile strength of type IV stones dried in a microwave oven. *J Prosthet Dent* 2002;87:499-02.
7. Lindquist TJ, Standford CM, Mostafavi H, Xie XJ. Abrasion resistance of a resin-impregnated type IV gypsum in comparison to conventional products. *J Prosthet Dent* 2002;87:319-22.
8. Rodriguez JM, Curtis RV, Bartlett DW. Surface roughness of impression materials and dental stone scanned by non-contacting laser profilometry. *Dent Mater* 2009;25:500-5.
9. Scwedhelm ER, Lepe X. Fracture strength of Type V die stone as a function of time. *J Prosthet Dent* 1997;78:554-9.
10. Abdelaziz KM, Combe EC, Hodges JS. The Effect of disinfectants on the properties of dental gypsum: 1. mechanical properties. *J Prosthodont* 2002;11:161-7.

11. Azer SS, Kerby RE, Knobloch LA. Effect of mixing methods on the physical properties of dental stones. *J Dent* 2008;36:736-44.
12. Twomey JO, Abdelaziz KM, Combe EC, Anderson DL. Calcium hypochlorite as a disinfecting additive for dental stone. *J Prosthet Dent* 2003;90:282-8.
13. Michalakis KX, Asar V, Kapsampeli V, Magkavali-trikka P, Pissiotis AL, Hirayma H. Delayed linear dimensional changes of five high strength gypsum products used for the fabrication of definitive casts. *J Prosthet Dent* 2012;108:189-95.
14. Duke P, Moore BK, Haug SP, Andres CJ. Study of the physical properties of type IV gypsum, resin-containing, and epoxy die materials. *J Prosthet Dent* 2000;83:466-73.
15. Tripathi A, Gupta A, Bagchi S, Mishra L, Gautam A, Madhok R. Comparison of the effect of addition of cyanoacrylate, epoxy resin and gum arabic on surface hardness of die stone. *J Prosthodont* 2016;25:235-40.
16. Anusavice KJ, Shen C, Rawls HR. *Phillips' Science of dental materials*. 12th ed. Philadelphia: Mosby/Elsevier, 2013; p. 182-93.
17. Wilson KS, Antonucci JM. Interphase structure-property relationships in thermoset dimethacrylate nanocomposites. *Dent Mater* 2006;22:995-1001.
18. Chen MH. Update on dental nanocomposites. *J Dent Res* 2010;89:549-60.
19. Mitra SB, Wu D, Holmes BN. An application of nanotechnology in advanced dental materials. *J Am Dent Assoc* 2003;134:1382-9.
20. Soares CR, Ueti M. Influence of different methods of chemical disinfection on the physical properties of type IV and V gypsum. *Pesq Odon Bras* 2001;15:334-40. (Portuguese)
21. Stöber W, Fink AJ. *Colloid. Interf. Sc* 1968;26:62-9.

22. Jacinto MJ, Kiyohara PK, Masunaga SH, Jardim RF, Rossi LM. Recoverable rhodium nanoparticles: Synthesis, characterization and catalytic performance in hydrogenation reactions. *Appl Catal A-Gena* 2008;338:52–7.

23. American National Standards / American Dental Association specification n° 25 dental gypsum products. *J Am Dent Assoc* 2000;244-53.

Table 1. Description of materials and proportions used

Product	Manufacturer	Batch N°	Powder – (g/mL)	Mixing Time (s)
Durone	Dentsply Intl	123263H	100/ 19	40
Fuji Rock	Gc Europe	1410083	100/ 20	30

Table 2. Mean surface roughness values

Material	Group	Surface Roughness (μm) (mean [SD])
Durone	CG	0.55 (0.06) ^a
	TGnI	0.36 (0.04) ^c
	TGnV	0.28 (0.06) ^c
Fuji Rock	CG	0.47 (0.06) ^b
	TGnI	0.31 (0.05) ^c
	TGnV	0.35 (0.05) ^c

SD, standard deviation

Values with different superscript letters are significantly different ($p < .05$)

Table 3. Mean diametral tensile strength values

Material	Group	Diametral Tensile Strength (MPa) (mean [SD])
Durone	CG	6.0 (1.4) ^{ab}
	TGnI	5.1 (0.8) ^{abc}
	TGnV	5.0 (1.2) ^{bc}
Fuji Rock	CG	6.4 (0.5) ^a
	TGnI	5.2 (1.1) ^{abc}
	TGnV	4.5 (1.2) ^c

SD, standard deviation

Values with different superscript letters are significantly different ($p < .05$)

Table 4. Mean compressive strength values

Material	Group	Compressive Strength (MPa) (mean [SD])
Durone	CG	35.4 (5.9) ^{ab}
	TGnI	32.7 (10.5) ^b
	TGnV	32.4 (3.8) ^b
Fuji Rock	CG	42.9 (9.0) ^a
	TGnI	31.2 (5.8) ^b
	TGnV	29.8 (4.8) ^b

SD, standard deviation

Values with different superscript letters are significantly different ($p < .05$)



Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul
Pró-Reitoria Acadêmica
Av. Ipiranga, 6681 - Prédio 1 - 3º. andar
Porto Alegre - RS - Brasil
Fone: (51) 3320-3500 - Fax: (51) 3339-1564
E-mail: proacad@pucrs.br
Site: www.pucrs.br/proacad